

国際調査報告

(法8条、法施行規則第40、41条)
[PCT18条、PCT規則43、44]

出願人又は代理人 の書類記号 IB266WO	今後の手続きについては、国際調査報告の送付通知様式(PCT/ISA/220)及び下記5を参照すること。	
国際出願番号 PCT/JP01/01787	国際出願日 (日.月.年) 07.03.01	優先日 (日.月.年) 07.03.00
出願人(氏名又は名称) イビデン株式会社		

国際調査機関が作成したこの国際調査報告を法施行規則第41条(PCT18条)の規定に従い出願人に送付する。
この写しは国際事務局にも送付される。

この国際調査報告は、全部で 2 ページである。

☐ この調査報告に引用された先行技術文献の写しも添付されている。

1. 国際調査報告の基礎

a. 言語は、下記に示す場合を除くほか、この国際出願がされたものに基づき国際調査を行った。

☐ この国際調査機関に提出された国際出願の翻訳文に基づき国際調査を行った。

b. この国際出願は、ヌクレオチド又はアミノ酸配列を含んでおり、次の配列表に基づき国際調査を行った。

☐ この国際出願に含まれる書面による配列表

☐ この国際出願と共に提出されたフレキシブルディスクによる配列表

☐ 出願後に、この国際調査機関に提出された書面による配列表

☐ 出願後に、この国際調査機関に提出されたフレキシブルディスクによる配列表

☐ 出願後に提出した書面による配列表が出願時における国際出願の開示の範囲を超える事項を含まない旨の陳述書の提出があった。

☐ 書面による配列表に記載した配列とフレキシブルディスクによる配列表に記録した配列が同一である旨の陳述書の提出があった。

2. ☐ 請求の範囲の一部の調査ができない(第I欄参照)。

3. ☐ 発明の単一性が欠如している(第II欄参照)。

4. 発明の名称は ☒ 出願人が提出したものを承認する。

☐ 次に示すように国際調査機関が作成した。

5. 要約は ☒ 出願人が提出したものを承認する。

☐ 第III欄に示されているように、法施行規則第47条(PCT規則38.2(b))の規定により国際調査機関が作成した。出願人は、この国際調査報告の発送の日から1カ月以内にこの国際調査機関に意見を提出することができる。

6. 要約書とともに公表される図は、

第 図とする。 ☐ 出願人が示したとおりである。

☒ なし

☐ 出願人は図を示さなかった。

☐ 本図は発明の特徴を一層よく表している。

THIS PAGE BLANK (USPTO)

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl' C04B35/00, H01L21/68, H01L23/15

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl' C04B30/00-599, H01L21/68, H01L23/15

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926-1996年

日本国公開実用新案公報 1971-2001年

日本国登録実用新案公報 1994-2001年

日本国実用新案登録公報 1996-2001年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X A Y	JP, 11-236270, A (京セラ株式会社) 31.8月. 1999 (31.08.99), 【0017】 - 【0022】 , 【0017】 , 【0070】 (ファミリーなし)	1, 3 5 2 4
Y Y A	JP, 9-30866, A (日産自動車株式会社) 4.2月. 1997 (04.02.97), 【0028】 , 【表2】 【表4】 【表6】 【表10】 特許請求の範囲 (ファミリーなし)	2 4 5

☐ C欄の続きにも文献が列举されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

13.04.01

国際調査報告の発送日

24.04.01

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)

郵便番号 100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

三崎 仁



4T

8928

電話番号 03-3581-1101 内線 3416

THIS PAGE BLANK (USPTO)

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2001 年 9 月 13 日 (13.09.2001)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 01/66488 A1

- (51) 国際特許分類⁷: C04B 35/00, H01L 21/68, 23/15 [JP/JP]. 尾崎 淳 (OZAKI, Atsushi) [JP/JP]; 〒501-0695 岐阜県揖斐郡揖斐川町北方1-1 イビデン株式会社内 Gifu (JP).
- (21) 国際出願番号: PCT/JP01/01787
- (22) 国際出願日: 2001 年 3 月 7 日 (07.03.2001) (74) 代理人: 安富康男, 外 (YASUTOMI, Yasuo et al.); 〒532-0011 大阪府大阪市淀川区西中島5丁目4番20号 中央ビル Osaka (JP).
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語 (81) 指定国 (国内): JP, US.
- (30) 優先権データ:
特願2000-61901 2000 年 3 月 7 日 (07.03.2000) JP (84) 指定国 (広域): ヨーロッパ特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR).
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): イビデン株式会社 (IBIDEN CO., LTD.) [JP/JP]; 〒503-0917 岐阜県大垣市神田町2丁目1番地 Gifu (JP). 添付公開書類:
— 国際調査報告書
- (72) 発明者; および 2 文字コード及び他の略語については、定期発行される
(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 平松靖二 (HIRAMATSU, Yasuji) [JP/JP]. 伊藤康隆 (ITO, Yasutaka) 各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: CERAMIC SUBSTRATE FOR MANUFACTURE/INSPECTION OF SEMICONDUCTOR

(54) 発明の名称: 半導体製造・検査装置用セラミック基板

(57) Abstract: A ceramic substrate for manufacture/inspection of semiconductor having a high fracture toughness value, an excellent thermal shock resistance, a high thermal conductivity, and an excellent temperature rise/fall characteristic, and preferable to a hot plate, an electrostatic chuck, and a wafer prober. The ceramic substrate on/in which a conductor is formed is characterized in that the ceramic substrate is so sintered that the fracture cross section is intergranular fracture.

(57) 要約:

本発明は、高い破壊靱性値を有し、耐熱衝撃性に優れるとともに、熱伝導率が高く、昇温降温特性に優れ、ホットプレート、静電チャック、ウエハプローバ等として好適な半導体製造・検査装置用セラミック基板を提供することを目的とするものであり、本発明の半導体製造・検査装置用セラミック基板は、セラミック基板の表面または内部に導電体が形成されてなる半導体製造・検査装置用セラミック基板において、上記セラミック基板は、その破壊断面が粒子境界破壊となるように焼結されてなることを特徴とする。

WO 01/66488 A1

THIS PAGE BLANK (USPTO)

THIS PAGE BLANK (USPTO)

明細書

半導体製造・検査装置用セラミック基板

技術分野

- 5 本発明は、主に半導体産業において使用される半導体製造・検査装置用セラミック基板に関し、特には、破壊靱性値が高く、静電チャックに使用した場合には半導体ウエハの吸着能力に優れるとともに、ホットプレート（ヒータ）として使用した場合には昇温降温特性にも優れるセラミック基板に関する。

10 背景技術

半導体は種々の産業において必要とされる極めて重要な製品であり、半導体チップは、例えば、シリコン単結晶を所定の厚さにスライスしてシリコンウエハを作製した後、このシリコンウエハに複数の集積回路等を形成することにより製造される。

- 15 この半導体チップの製造工程においては、静電チャック上に載置したシリコンウエハに、エッチング、CVD等の種々の処理を施して、導体回路や素子等を形成する。その際に、デポジション用ガス、エッチング用ガス等として腐食性のガスを使用するため、これらのガスによる腐食から静電電極層を保護する必要があり、また、吸着力を誘起する必要があるため、静電電極層は、通常、セラミック
20 誘電体膜等により被覆されている。

このセラミック誘電体膜として、従来から窒化物セラミックが使用されているが、例えば、特開平5-8140号公報には、窒化アルミニウム等の窒化物を使用した静電チャックが開示されている。また、特開平9-48668号公報には、A1-O-N構造を持つカーボン含有窒化アルミニウムが開示されている。

25

発明の要約

ところが、これらのセラミックを使用した静電チャックは、破壊靱性値が低く、熱衝撃等で簡単に割れてしまうという問題があった。

また、このような問題は、静電チャックに限らず、セラミック基板の表面また

は内部に導体が形成されている半導体製造・検査用のセラミック基板に見られることが判った。

本発明者らは、上記課題を解決するために鋭意研究した結果、破壊断面が粒子境界破壊となるように、焼成条件を設定するか、または、焼成後の焼結体に処理を施せばよいことを知見した。具体的には、原料粉末中にホウ素、ナトリウム、カルシウム、ケイ素などを微量添加して焼成することにより、または、焼結体にアニール処理を施すことにより破壊面が粒子境界破壊（粒界破壊）となるような焼結体を得ることができることを見出し、本発明を完成させたものである。

即ち、本発明は、セラミック基板の表面または内部に導電体が形成されてなる半導体製造・検査装置用セラミック基板において、上記セラミック基板は、その破壊断面が粒子境界破壊となるように焼結されてなることを特徴とする半導体製造・検査装置用セラミック基板である。

また、本発明の半導体製造・検査装置用セラミック基板において、上記破壊断面のセラミック粒子の平均直径は、 $0.5 \sim 10 \mu\text{m}$ であることが望ましい。

また、上記半導体製造・検査装置用セラミック基板においては、上記破壊断面のセラミック粒子の境界に不純物元素が偏在してなることが望ましい。

また、上記半導体製造・検査装置用セラミック基板の熱伝導率は、 $100 \text{ W/m} \cdot \text{K}$ 以上であることが望ましい。

また、上記半導体製造・検査装置用セラミック基板において、上記セラミック基板は、結晶粒子の三重点に不純物元素が偏在化している不純物存在領域と、結晶粒子の三重点に不純物が偏在していない不純物元素不存在領域とが混在してなることが望ましい。

図面の簡単な説明

図1は、本発明の半導体製造・検査装置用セラミック基板を用いたセラミックヒータの一例を模式的に示す平面図である。

図2は、図1に示したセラミックヒータの部分拡大断面図である。

図3は、本発明の半導体製造・検査装置用セラミック基板を用いた静電チャックの一例を模式的に示す断面図である。

図 4 は、図 3 に示した静電チャックの A-A 線断面図である。

図 5 は、本発明の半導体製造・検査装置用セラミック基板を用いた静電チャックの一例を模式的に示す断面図である。

図 6 は、本発明の半導体製造・検査装置用セラミック基板を用いた静電チャックの一例を模式的に示す断面図である。

図 7 は、本発明の半導体製造・検査装置用セラミック基板を用いた静電チャックの一例を模式的に示す断面図である。

図 8 (a) ~ (d) は、図 5 に示した静電チャックの製造工程の一部を模式的に示す断面図である。

10 図 9 は、本発明に係る静電チャックを構成する静電電極の形状を模式的に示した水平断面図である。

図 10 は、本発明に係る静電チャックを構成する静電電極の形状を模式的に示した水平断面図である。

図 11 は、本発明に係る静電チャックを支持容器に嵌め込んだ状態を模式的に示した断面図である。

図 12 は、本発明の半導体製造・検査装置用セラミック基板を用いたウエハプロローバを模式的に示した断面図である。

図 13 は、図 12 に示したウエハプロローバのガード電極を模式的に示した断面図である。

20 図 14 は、実施例 1 に係る静電チャックを構成するセラミック基板の破壊断面を示した SEM 写真である。

図 15 は、比較例 1 に係る静電チャックを構成するセラミック基板の破壊断面を示した SEM 写真である。

図 16 は、本発明に係るセラミック基板の一部のマッピング画像である。

25 図 17 は、本発明に係るセラミック基板の一部の電子顕微鏡写真である。

図 18 は、本発明に係るセラミック基板の一部の電子顕微鏡写真である。

図 19 は、本発明に係るセラミック基板の一部の電子顕微鏡写真である。

- 1、11、63 セラミック基板
- 2、22、32a、32b チャック正極静電層
- 3、23、33a、33b チャック負極静電層
- 2a、3a 半円弧状部
- 5 2b、3b 櫛歯部
- 4 セラミック誘電体膜
- 5、12、25、61 抵抗発熱体
- 6、13、18 外部端子
- 7 金属線
- 10 8 ペルチェ素子
- 9 シリコンウエハ
- 10 セラミックヒータ
- 14 有底孔
- 15 貫通孔
- 15 16、17、19 スルーホール
- 20、30、101、201、301、401 静電チャック
- 25a 金属被覆層
- 35、36 袋孔
- 41 支持容器
- 20 42 冷媒吹き出し口
- 43 吸入口
- 44 冷媒注入口
- 45 断熱材
- 62 チャックトップ導体層
- 25 65 ガード電極
- 66 グランド電極
- 66a 電極非形成領域
- 67 溝
- 68 吸引孔

501 ウエハプローバ

発明の詳細な開示

本発明は、セラミック基板の表面または内部に導電体が形成されてなる半導体

5 製造・検査装置用セラミック基板において、

上記セラミック基板は、その破壊断面が粒子境界破壊となるように焼結されてなることを特徴とする半導体製造・検査装置用セラミック基板である。

つまり、本発明の半導体製造・検査装置用セラミック基板に係るセラミック基板では、窒化物セラミックや、炭化物セラミック、酸化物セラミックを構成する
10 元素以外の元素（例えば、ホウ素、ナトリウム、カルシウム、ケイ素、酸素あるいは後述する焼結助剤である希土類元素等の不純物元素）がセラミック粒子の粒界に偏在してなることを特徴とする。

なお、偏在は、蛍光X線のピークやマッピング画像（図16参照）を調べることにより確認することができ、蛍光X線の強度が結晶内部よりも境界により強く

15 現れる。

図16においては、「BEI」が電子顕微鏡写真、「Al」がアルミニウムの存在領域、「Y」がイットリウムの存在領域、「Si」がシリコンの存在領域、「N」が窒素の存在領域、「O」が酸素の存在領域である。

この電子顕微鏡写真映像では、粒子境界三重点が白く光って見えるが、これは、
20 Y、O、Siであることが図16のマッピング像から理解できる。

また、上記セラミック基板では、結晶粒子の三重点に不純物元素が偏在化している不純物存在領域（図17参照）と、結晶粒子の三重点に不純物が偏在していない不純物元素不存在領域（図18参照）とが混在してなることが望ましい。図17では、粒子境界三重点が白く光っており、この白く光っている領域が不純物
25 存在領域である。なお、図17の右上部分には、白く光っている部分が存在しないが、これは不純物元素不存在領域である。

上記結晶粒子の三重点に不純物元素が偏在化している不純物存在領域と、上記結晶粒子の三重点に不純物が偏在していない不純物元素不存在領域との割合は、断面の面積比率で、10/90～90/10であることが望ましい。

このような不純物存在領域と不純物元素不存在領域とが混在した形態ほど、破壊靱性値が大きく、また、熱伝導率が大いからである。これは、クラックの伸展が抑制されること、および、三重点に不純物が偏在することにより、それ以外の粒界ではセラミック粒子同士が接触することとなるため、熱伝導率が高くなることによる。

また、上記セラミック基板の中心ほど不純物存在領域の割合が多いことが望ましい。特に、表面付近の高熱伝導率、および、セラミック基板の厚さ方向の電気的絶縁性を同時に確保することができるからである。

このような形態のセラミック基板は、次のような製造方法により製造することができる。

即ち、通常、セラミック基板の製造においては、カーボン治具を用いてホットプレスを実施する（実施例 1～13 参照）。この場合、不純物存在領域が、全体に均一に存在することとなる（図 19 参照）。これに対し、セラミック未焼結体の上下両側に焼結助剤を含まないセラミックグリーンシートを積層することにより、焼結時にセラミックグリーンシートに不純物を吸収させ、結晶粒子の三重点に不純物元素が偏在化している不純物存在領域と、結晶粒子の三重点に不純物が偏在していない不純物元素不存在領域とが混在した焼結体を製造することができる。また、このような方法で製造した場合には、グリーンシートに接触する部分ほど不純物量が少ないため、セラミック基板の中心ほど不純物存在領域の割合が相対的に多い形態となる。

また、上記セラミック基板では、破壊断面の大部分が粒子境界破壊を呈していればよく、全て粒子境界破壊である必要はない。

上記セラミック基板は、その破壊断面が粒子境界破壊となるように焼結されているため、破壊が発生した場合に、発生したクラックが粒子の境界に沿って屈曲しながら伸展しなければならない。従って、クラックの伸展が抑制され、破壊靱性値が改善されるのである。その結果、上記セラミック基板は、耐熱衝撃性に優れたものとなる。また、アニール処理等を施したセラミック基板では、不純物が結晶粒子から排除され、粒界に偏析してくる。このため、結晶粒子の純度が上がり、セラミック基板全体として、熱伝導性に優れる。

上述したように、破壊断面が粒子境界破壊となるように焼結させるためには、原料粉末中に不純物元素またはそれらの化合物などを微量添加し、この粉末を用いて焼成を行うことが望ましい。

- 原料粉末中に不純物元素またはそれらの化合物（以下、単に不純物ともいう）を添加する場合には、不純物の添加量を、0.05～500ppm（重量基準）に調整することが望ましい。

さらに、製造されたセラミック基板に、1400～2000℃でアニール処理を施すことが望ましい。

- このように原料粉末に不純物を添加するか、アニール処理を行うことにより、粒界にホウ素（窒化ホウ素）、O、Na、Ca、Si等の不純物が偏析しやすくなるとともに、粒子同士の結合が比較的弱くなる。

また、上述したように、セラミック基板にアニール処理等を施すことにより、不純物が結晶粒子から排除されて粒界に偏析し、結晶粒子は、不純物を含まない結晶性の高いものとなる。

- このような構成の焼結体では、力を加えると、クラックが組織内で結合力の弱い粒子境界に沿って伸展し、破壊靱性値が高くなる。また、アニール処理等を施したセラミック基板では、粒子の結晶性の高さに起因して熱伝導率が高くなる。ただし、不純物の添加量を多くすると、焼結自体が進行しなくなり、気孔が残留しやすくなるため、機械的特性や電気的特性が劣化してしまい、余り好ましくない。

不純物としては、例えば、ホウ素、ナトリウム、カルシウム、ケイ素、酸素が望ましい。特に、ホウ素化合物としては、BNが使用される。

- セラミック原料粉末の平均粒子径は、0.1～1μm程度が好ましい。焼結させやすいからである。また、平均粒子径が1μmを超えると、焼結したセラミック粒子の平均直径が10μmを超えやすくなるからである。

また、特に、本発明では、破壊断面で観察されるセラミック粒子（破壊断面の粒子は、焼結が進行した二次粒子であり、原料粒子の直径とは全く異なる）は、平均直径で、0.5～10μmであることが望ましい。平均直径は、5つの試料を用意し、一つの試料につき、10箇所を電子顕微鏡で撮影し、粒子一つについ

て、最大の直径と最小の直径の平均を求めてこれを粒子直径とし、画像中の粒子について、粒子直径の平均を求めて一画像の平均の粒子直径とし、さらに、50画像についての平均の粒子直径の平均を求めて平均直径とした。平均直径が大きい場合は、破壊靱性値、曲げ強度が低くなり、平均直径が小さい場合は、熱伝導率5 率が低下する。熱伝導率が低下する理由は、粒子境界の障壁が大きくなるからであると推定している。平均直径で0.5～10 μm の範囲は、破壊靱性値、曲げ強度などの機械的強度と熱伝導率を両立させ得る範囲である。さらに、平均直径で1～5 μm が最適である。

本発明では、破壊断面が粒界破壊となっているかどうかは、2000～50010 0倍の電子顕微鏡写真により確認する。破壊が粒子境界で生じ、破壊断面が複雑で、表面に粒子の形状が現れている場合には、粒界破壊であり、一方、破壊が粒子内で生じ、破断面が比較的平坦である場合には、粒子内破壊である。

本発明の半導体製造・検査装置用セラミック基板は、150℃以上で使用されることが望ましく、200℃以上で使用されるのが最も好ましい。

15 また、上記セラミック基板では、最大気孔の気孔径が50 μm 以下であることが望ましく、気孔率は5%以下が望ましい。また、上記セラミック基板には、気孔が全く存在しないか、気孔が存在する場合は、その最大気孔の気孔径は、50 μm 以下であることが望ましい。

気孔が存在しない場合は、高温での耐電圧が特に高くなり、逆にある程度の気20 孔が存在する場合は、破壊靱性値がより高くなる。このためどちらの設計にするかは、要求特性によって変わるのである。

気孔の存在によって破壊靱性値がより高くなる理由が明確ではないが、クラックの進展が気孔によっても止められるからであると推定している。

本発明で、最大気孔の気孔径が50 μm 以下であることが望ましいのは、気孔25 径が50 μm を超えると高温、特に100℃以上での耐電圧特性を確保するのが難しくなるからである。

最大気孔の気孔径は、10 μm 以下が望ましい。200℃以上での反り量が小さくなるからである。

気孔率や最大気孔の気孔径は、焼結時の加圧時間、圧力、温度、SiCやBN

などの添加物で調整することができる。上述のように、SiCやBNは焼結を阻害するため、気孔を導入させることができる。

最大気孔の気孔径を測定する際には、試料を5個用意し、その表面を鏡面研磨し、2000～5000倍の倍率で表面を電子顕微鏡で10箇所撮影する。そして、撮影された写真で最大の気孔径を選び、50ショットの平均を最大気孔の気孔径とする。

気孔率は、アルキメデス法により測定する。焼結体を粉砕して有機溶媒中あるいは水銀中に粉砕物を入れて体積を測定し、粉砕物の重量と体積から真比重を求め、真比重と見かけの比重から気孔率を計算するのである。

- 10 上記セラミック基板の直径は200mm以上が望ましい。特に12インチ（300mm）以上であることが望ましい。次世代の半導体ウエハの主流となるからである。

上記セラミック基板の厚さは、50mm以下が望ましく、特に25mm以下が望ましい。

- 15 セラミック基板の厚さが25mmを超えると、セラミック基板の熱容量が大きすぎる場合があり、特に、温度制御手段を設けて加熱、冷却すると、熱容量の大きさに起因して温度追従性が低下してしまう場合があるからである。

セラミック基板の厚さは、特に1.5mmを超え、5mm以下が最適である。

- 20 上記セラミック基板を構成するセラミック材料は特に限定されず、例えば、窒化物セラミック、炭化物セラミック、酸化物セラミック等が挙げられる。

上記窒化物セラミックとしては、金属窒化物セラミック、例えば、窒化アルミニウム、窒化ケイ素、窒化ホウ素等が挙げられる。

また、上記炭化物セラミックとしては、金属炭化物セラミック、例えば、炭化ケイ素、炭化ジルコニウム、炭化タンタル、炭化タングステン等が挙げられる。

- 25 上記酸化物セラミックとしては、金属酸化物セラミック、例えば、アルミナ、ジルコニア、コージェライト、ムライト等が挙げられる。

これらのセラミックは単独で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。

これらのセラミックの中では、窒化物セラミック、酸化物セラミックが好ましい。

また、窒化物セラミックの中では窒化アルミニウムが最も好適である。熱伝導率が $180 \text{ W/m} \cdot \text{K}$ と最も高いからである。

上記セラミック基板は、 $0.05 \sim 10$ 重量%の酸素を含有していることが望ましい。酸素を粒界に偏析させることにより、破壊靱性値を改善することができるからである。

酸素含有量が 0.05 重量%未満では、焼結が進まず気孔率が高くなり、また熱伝導率が低下し、逆に、酸素量が 10 重量%を超えると、粒界の酸素の量が多すぎるため、熱伝導率が低下して昇温降温特性が低下するからである。

上記セラミック基板に酸素を含有させるためには、原料粉末中に金属酸化物を混合して焼成を行う。

上記金属酸化物としては、希土類元素の酸化物、例えば、 Y 、 La 、 Ce 、 Pr 、 Nd 、 Pm 、 Sm 、 Eu 、 Gd 、 Tb 、 Dy 、 Ho 、 Er 、 Tm 、 Yb 、 Lu の酸化物を使用することができるが、 Y_2O_3 、 Er_2O_3 が最適である。これらの不純物は、粒子境界にあって、結晶中から不純物を粒子の境界に排出する働きをしていると考えられ、不純物を粒子境界に偏在させることを可能にする。それゆえ、破壊断面を粒子境界破壊とすることが可能となる。

これらの金属酸化物の含有量は、 $0.5 \sim 20$ 重量%が好ましい。

なお、特開平 $10-158002$ 号公報には、 SrO や CaO と希土類元素の酸化物とを添加した窒化アルミニウム焼結体が開示されているが、 1650°C の比較的低温での焼成であり、不純物を粒子境界に偏在させることが困難であり、熱伝導率が本発明に比べて低下してしまう。また、大きな粒子径の原料を使用しており、 1650°C のような低温でゆっくりと 3 時間焼成すると、断面観察すると $10 \mu\text{m}$ を超える大きな粒子となる。

さらに、この公報は、半導体搭載用基板に関するものであり、本発明のように、内部や表面に導体層を設けることは記載も、示唆もされておらず、このような公報の存在を理由に本発明の特許性が阻却されることはないことを付記しておく。

また、特開平 $10-279359$ 号公報には、希土類金属の酸化物と窒化珪素とを焼成したセラミックが開示されているが、 1600°C と低温で 3 時間焼成しており、不純物を充分粒子の境界に偏在させることができず、熱伝導率を改善す

ることができない。また、低温で焼成することによりゆっくりと粒子が成長するため、粒子径が $10\mu\text{m}$ を超えてしまう。また、硬度、靱性値を下げている、本発明のような、靱性値を高くしたものとは全く逆の思想であり、このような引例をもって、本発明の特許性が阻却されることはないことを付記しておく。

- 5 さらに、特開平7-153820号公報には、イットリアを含有する熱伝導率 $100\text{W}/\text{m}\cdot\text{K}$ 以上の窒化アルミニウムが開示されているが、原料粒子径や焼結したセラミック粒子の径の記載もなく、不純物の添加を否定しており、また、アニールの記載もされていないことから、このような公報の存在をもってしても本発明の特許性は否定されない。

- 10 本発明では、セラミック基板中に $5\sim 5000\text{ppm}$ のカーボンを含有していることが望ましい。

カーボンを含有させることにより、セラミック基板を黒色化することができ、ヒータとして使用する際に輻射熱を充分に利用することができるからである。

- 15 カーボンは、非晶質のものであっても、結晶質のものであってもよい。非晶質のカーボンを使用した場合には、高温における体積抵抗率の低下を防止することができ、結晶質のものを使用した場合には、高温における熱伝導率の低下を防止することができるからである。従って、用途によっては、結晶質のカーボンと非晶質のカーボンの両方を併用してもよい。また、カーボンの含有量は、 $50\sim 2000\text{ppm}$ がより好ましい。

- 20 セラミック基板にカーボンを含有させる場合には、その明度がJIS Z 8721の規定に基づく値でN4以下となるようにカーボンを含有させることが望ましい。この程度の明度を有するものが輻射熱量、隠蔽性に優れるからである。

- 25 ここで、明度のNは、理想的な黒の明度を0とし、理想的な白の明度を10とし、これらの黒の明度と白の明度との間で、その色の明るさの知覚が等歩度となるように各色を10分割し、N0～N10の記号で表示したものである。

実際の明度の測定は、N0～N10に対応する色票と比較して行う。この場合の小数点1位は0または5とする。

本発明は、半導体の製造や半導体の検査を行うための装置に用いられるセラミック基板であり、具体的な装置としては、例えば、静電チャック、ホットプレー

ト（セラミックヒータ）、ウエハプローバなどが挙げられる。

上記セラミック基板の内部に形成された導電体が抵抗発熱体である場合には、セラミックヒータ（ホットプレート）として使用することができる。

図 1 は、本発明の半導体製造・検査装置用セラミック基板に係るセラミック基板の一実施形態であるセラミックヒータの一例を模式的に示す平面図であり、図 2 は、図 1 に示したセラミックヒータの一部を示す部分拡大断面図である。

セラミック基板 11 は、円板形状に形成されており、セラミック基板 11 の内部には、温度制御手段としての抵抗発熱体 12 が同心円状のパターンに形成されている。また、これら抵抗発熱体 12 は、互いに近い二重の同心円同士が 1 組の回路として、1 本の線になるように接続され、その回路の両端部に入出力の端子となる外部端子 13 がスルーホール 19 を介して接続されている。

また、図 2 に示すように、セラミック基板 11 には貫通孔 15 が設けられ、この貫通孔 15 に支持ピン 26 が挿通され、シリコンウエハ 9 が保持されている。そして、この支持ピン 26 を上下することにより、搬送機からシリコンウエハ 9 を受け取ったり、シリコンウエハ 9 をセラミック基板 11 のウエハ処理面 11a 上に載置して加熱したり、シリコンウエハ 9 をウエハ処理面 11a から 50～2000 μm 程度の間隔で離間させた状態で支持し、加熱したりすることができる。

また、セラミック基板 11 の底面 11b には、熱電対等の測温素子を挿入するための有底孔 14 が設けられている。そして、抵抗発熱体 12 に通電すると、セラミック基板 11 は加熱され、これによりシリコンウエハ等の被加熱物の加熱を行うことができる。

このセラミックヒーター 10 を構成するセラミック基板 11 は、破断面が粒子境界破壊の性状を示し、破壊靱性値が高いため、耐熱衝撃性に優れる。また、アニール処理等を施したセラミック基板 11 では、不純物が粒界に偏析し、逆に、粒子結晶の純度は高くなっているため、全体として、100 W/m・K 以上になり、熱伝導性に優れる。

セラミック基板の内部に抵抗発熱体を設ける場合は、セラミック基板を嵌め込む支持容器に、冷却手段としてエアー等の冷媒の吹きつけ口などを設けてもよい。抵抗発熱体をセラミック基板の内部に設ける場合には、複数層設けてもよい。こ

の場合は、各層のパターンは相互に補完するように形成されて、加熱面からみるとどこかの層にパターンが形成された状態が望ましい。例えば、互いに千鳥の配置になっている構造である。

抵抗発熱体は、貴金属（金、銀、白金、パラジウム）、鉛、タングステン、モリブデン、ニッケル等の金属、または、タングステン、モリブデンの炭化物等の導電性セラミックからなるものであることが望ましい。抵抗値を高くすることが可能となり、断線等を防止する目的で厚み自体を厚くすることができるとともに、酸化しにくく、熱伝導率が低下しにくいからである。これらは、単独で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。

- 10 また、抵抗発熱体は、セラミック基板全体の温度を均一にする必要があることから、図1に示すような同心円形状のパターンや同心円形状のパターンと屈曲線形状のパターンとを組み合わせたものが好ましい。また、抵抗発熱体の厚さは、 $1 \sim 50 \mu\text{m}$ が望ましく、その幅は、 $5 \sim 20 \text{mm}$ が好ましい。

- 15 抵抗発熱体の厚さや幅を変化させることにより、その抵抗値を変化させることができるが、上記範囲が最も実用的だからである。抵抗発熱体の抵抗値は、薄く、また、細くなるほど大きくなる。

- 20 なお、抵抗発熱体を内部に設けると、加熱面と抵抗発熱体との距離が近くなり、表面の温度の均一性が低下するため、抵抗発熱体自体の幅を広げる必要がある。また、セラミック基板の内部に抵抗発熱体を設けるため、セラミック基板との密着性を考慮する必要性がなくなる。

抵抗発熱体は、断面が方形、楕円形、紡錘形、蒲鉾形状のいずれでもよいが、偏平なものであることが望ましい。偏平の方が加熱面に向かって放熱しやすいため、加熱面への熱伝搬量を多くすることができ、加熱面の温度分布ができにくいからである。なお、抵抗発熱体は螺旋形状でもよい。

- 25 抵抗発熱体をセラミック基板の内部に形成する際には、底面から厚さ方向に50%までの領域に形成することが望ましい。加熱面の温度分布をなくし、半導体ウエハを均一に加熱することができるからである。

本発明の半導体装置用セラミック基板の底面または内部に抵抗発熱体を形成するためには、金属や導電性セラミックからなる導電ペーストを用いることが好ま

しい。

即ち、セラミック基板の底面に抵抗発熱体を形成する場合には、通常、焼成を行って、セラミック基板を製造した後、その表面に上記導体ペースト層を形成し、焼成することにより、抵抗発熱体を形成する。

- 5 一方、図 1、2 に示すようにセラミック基板 11 の内部に抵抗発熱体 12 を形成する場合には、グリーンシート上に上記導電ペースト層を形成した後、別のグリーンシートと加熱しながら加圧し、一体化させてグリーンシートの積層体を作製する。この後、積層体を焼成することにより、抵抗発熱体をセラミック基板の内部に形成することができる。

- 10 上記導体ペーストとしては特に限定されないが、導電性を確保するため金属粒子または導電性セラミック粒子が含有されているほか、樹脂、溶剤、増粘剤などを含むものが好ましい。

上記金属粒子や導電性セラミック粒子の材料としては、上述したものが挙げられる。これら金属粒子または導電性セラミック粒子の粒径は、0.1~100 μ

- 15 m が好ましい。0.1 μ m 未満と微細すぎると、酸化されやすく、一方、100 μ m を超えると、焼結しにくくなり、抵抗値が大きくなるからである。

上記金属粒子の形状は、球状であっても、リン片状であってもよい。これらの金属粒子を用いる場合、上記球状物と上記リン片状物との混合物であってもよい。

- 20 上記金属粒子がリン片状物、または、球状物とリン片状物との混合物の場合は、金属粒子間の金属酸化物を保持しやすくなり、抵抗発熱体とセラミック基板との密着性を確実にし、かつ、抵抗値を大きくすることができるため有利である。

上記導体ペーストに使用される樹脂としては、例えば、アクリル樹脂、エポキシ樹脂、フェノール樹脂等が挙げられる。また、溶剤としては、例えば、イソプロピルアルコール等が挙げられる。増粘剤としては、セルロース等が挙げられる。

- 25 抵抗発熱体用の導体ペーストをセラミック基板の表面に形成する際には、上記導体ペースト中に上記金属粒子のほかに金属酸化物を添加し、上記金属粒子および上記金属酸化物を焼結させたものとするのが好ましい。このように、金属酸化物を金属粒子とともに焼結させることにより、セラミック基板と金属粒子とをより密着させることができる。

上記金属酸化物を混合することにより、セラミック基板との密着性が改善される理由は明確ではないが、金属粒子表面や非酸化物からなるセラミック基板の表面は、その表面がわずかに酸化されて酸化膜が形成されており、この酸化膜同士が金属酸化物を介して焼結して一体化し、金属粒子とセラミックとが密着するのではないかと考えられる。また、セラミック基板を構成するセラミックが酸化物の場合は、当然に表面が酸化物からなるので、密着性に優れた導体層が形成される。

上記金属酸化物としては、例えば、酸化鉛、酸化亜鉛、シリカ、酸化ホウ素 (B_2O_3)、アルミナ、イットリアおよびチタニアからなる群から選ばれる少なくとも1種が好ましい。

これらの酸化物は、抵抗発熱体の抵抗値を大きくすることなく、金属粒子とセラミック基板との密着性を改善することができるからである。

上記酸化鉛、酸化亜鉛、シリカ、酸化ホウ素 (B_2O_3)、アルミナ、イットリア、チタニアの割合は、金属酸化物の全量を100重量部とした場合、重量比で、酸化鉛が1～10、シリカが1～30、酸化ホウ素が5～50、酸化亜鉛が20～70、アルミナが1～10、イットリアが1～50、チタニアが1～50であって、その合計が100重量部を超えない範囲で調整されていることが好ましい。

これらの範囲で、これらの酸化物の量を調整することにより、特にセラミック基板との密着性を改善することができる。

上記金属酸化物の金属粒子に対する添加量は、0.1重量%以上10重量%未満が好ましい。また、このような構成の導体ペーストを使用して抵抗発熱体を形成した際の面積抵抗率は、1～45 m Ω /□が好ましい。

面積抵抗率が45 m Ω /□を超えると、印加電圧量に対して発熱量は大きくなりすぎて、表面に抵抗発熱体を設けた半導体装置用セラミック基板では、その発熱量を制御しにくいからである。なお、金属酸化物の添加量が10重量%以上であると、面積抵抗率が50 m Ω /□を超えてしまい、発熱量が大きくなりすぎて温度制御が難しくなり、温度分布の均一性が低下する。

抵抗発熱体がセラミック基板の表面に形成される場合には、抵抗発熱体の表面部分に、金属被覆層が形成されていることが好ましい。内部の金属焼結体が酸化

されて抵抗値が変化するのを防止するためである。形成する金属被覆層の厚さは、 $0.1 \sim 10 \mu\text{m}$ が好ましい。

- 上記金属被覆層を形成する際に使用される金属は、非酸化性の金属であれば特に限定されないが、具体的には、例えば、金、銀、パラジウム、白金、ニッケル等が挙げられる。これらは、単独で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。これらのなかでは、ニッケルが好ましい。

なお、抵抗発熱体をセラミック基板の内部に形成する場合には、抵抗発熱体表面が酸化されることがないため、被覆は不要である。

- 上記セラミック基板の内部に形成された導電体が静電電極層である場合には、上記セラミック基板は、静電チャックとして使用することができる。この場合、RF電極や抵抗発熱体が静電電極の下部であって、セラミック基板内に導電体として形成されていてもよい。

図3は、本発明に係る静電チャックの一実施形態を模式的に示した縦断面図であり、図4は、図3に示した静電チャックにおけるA-A線断面図である。

- この静電チャック101では、円板形状のセラミック基板1の内部に、チャック正極静電層2とチャック負極静電層3とからなる静電電極層が埋設されており、この静電電極層の上に薄いセラミック層4（以下、セラミック誘電体膜という）が形成されている。また、静電チャック101上には、シリコンウエハ9が載置され、接地されている。

- 図4に示したように、チャック正極静電層2は、半円弧状部2aと櫛歯部2bとからなり、チャック負極静電層3も、同じく半円弧状部3aと櫛歯部3bとからなり、これらのチャック正極静電層2とチャック負極静電層3とは、櫛歯部2b、3bを交差するように対向して配置されており、このチャック正極静電層2およびチャック負極静電層3には、それぞれ直流電源の+側と-側とが接続され、直流電圧 V_2 が印加されるようになっている。

また、セラミック基板1の内部には、シリコンウエハ9の温度をコントロールするために、図1に示したような平面視同心円形状の抵抗発熱体5が設けられており、抵抗発熱体5の両端には、外部端子が接続、固定され、電圧 V_1 が印加されるようになっている。図3、4には示していないが、このセラミック基板1に

は、図 1、2 に示したように、測温素子を挿入するための有底孔とシリコンウエハ 9 を支持して上下させる支持ピン（図示せず）を挿通するための貫通孔が形成されている。なお、抵抗発熱体は、セラミック基板の底面に形成されていてもよい。

- 5 この静電チャック 101 を機能させる際には、チャック正極静電層 2 とチャック負極静電層 3 とに直流電圧 V_2 を印加する。これにより、シリコンウエハ 9 は、チャック正極静電層 2 とチャック負極静電層 3 との静電的な作用によりこれらの電極にセラミック誘電体膜 4 を介して吸着され、固定されることとなる。このようにしてシリコンウエハ 9 を静電チャック 101 上に固定させた後、このシリコンウエハ 9 に、CVD 等の種々の処理を施す。

この静電チャック 101 を構成するセラミック基板 11 は、破断面が粒子境界破壊の性状を示し、破壊靱性値が高いため、耐熱衝撃性に優れる。また、セラミック基板にアニール処理等を施すことにより、熱伝導性にも優れたセラミック基板となる。

- 15 静電チャック 101 では、セラミック誘電体膜 4 は、酸素を含有する窒化物セラミックからなり、また、気孔率が 5 % 以下であり、最大の気孔径が $50 \mu\text{m}$ 以下であることが望ましい。また、このセラミック誘電体膜 4 中の気孔は、お互いに独立した気孔により構成されていることが望ましい。

- 20 このような構成のセラミック誘電体膜 4 では、耐電圧を低下させるガス等がセラミック誘電体膜を透過して静電電極を腐食させたり、高温でもセラミック誘電体膜の耐電圧が低下することがない。

温度制御手段としては、抵抗発熱体 12 のほかに、ペルチェ素子（図 7 参照）が挙げられる。

- 25 温度制御手段としてペルチェ素子を使用する場合は、電流の流れる方向を変え、ることにより発熱、冷却両方行うことができるため有利である。

ペルチェ素子 8 は、図 7 に示すように、p 型、n 型の熱電素子 81 を直列に接続し、これをセラミック板 82 などに接合させることにより形成される。

ペルチェ素子としては、例えば、シリコン・ゲルマニウム系、ビスマス・アンチモン系、鉛・テルル系材料等が挙げられる。

本発明の静電チャックは、例えば、図 3、4 に示したような構成を有するものである。セラミック基板の材料等については、既に説明したが、以下においては、その他の上記静電チャックを構成する各部材、および、本発明の静電チャックの他の実施形態について、順次、詳細に説明していく。

- 5 本発明の静電チャックを構成するセラミック誘電体膜の材料は、特に限定されず、酸化物セラミック、窒化物セラミック、酸化物セラミック等が挙げられるが、これらのなかでは窒化物セラミックが好ましい。

- 上記窒化物セラミックとしては、上記セラミック基板と同様のものが挙げられるが、窒化物セラミックは酸素を含有していることが望ましい。また、セラミック誘電体膜は、セラミック基板と同様に、その破壊断面が粒界破壊となるように焼結されているものが望ましい。耐熱衝撃性や熱伝導率が向上するからである。

上記窒化物セラミックに酸素を含有させるため、通常、窒化物セラミックの原料粉末中に金属酸化物を混合して焼成を行う。

- 15 上記金属酸化物としては、アルミナ (Al_2O_3)、酸化珪素 (SiO_2) 等が挙げられる。

これらの金属酸化物の添加量は、窒化物セラミック 100 重量部に対して、0.1 ~ 10 重量部が好ましい。

セラミック誘電体膜の厚さを、50 ~ 5000 μm とすることで、チャック力を低下させずに十分な耐電圧を確保することができる。

- 20 上記セラミック誘電体膜の厚さが 50 μm 未満であると、膜厚が薄すぎるために十分な耐電圧が得られず、シリコンウエハを載置し、吸着した際にセラミック誘電体膜が絶縁破壊する場合があります。一方、上記セラミック誘電体膜の厚さが 5000 μm を超えると、シリコンウエハと静電電極との距離が遠くなるため、シリコンウエハを吸着する能力が低くなってしまいます。セラミック誘電体膜の厚さは、
25 100 ~ 1500 μm が好ましい。

上記セラミック誘電体膜の気孔率は、5 % 以下、最大気孔の気孔径は、50 μm 以下が好ましい。

上記気孔率が 5 % を超えると、気孔数が増え、また、気孔径が大きくなりすぎ、その結果、気孔同士が連通しやすくなる。このような構造のセラミック誘電体膜

では、耐電圧が低下してしまう。

さらに、最大気孔の気孔径が $50\ \mu\text{m}$ を超えると、酸化物が粒子境界に存在していても、高温での耐電圧を確保できない。気孔率は、 $0.01\sim3\%$ が好ましく、最大気孔の気孔径は、 $0.1\sim10\ \mu\text{m}$ が好ましい。

- 5 上記セラミック誘電体膜中には、カーボンが $50\sim5000\ \text{ppm}$ 含有されていることが望ましい。静電チャック中に設けられた電極パターンを隠蔽することができ、かつ、高輻射熱が得られるからである。また、体積抵抗率が低い方が、低温域においては、シリコンウエハの吸着能力が高くなる。

- 10 なお、本発明で、セラミック誘電体膜中にある程度の気孔が存在してもよいとしているのは、破壊靱性値をより高くすることができるからであり、これにより熱衝撃性をさらに改善することができる。

- 15 上記静電電極としては、例えば、金属または導電性セラミックの焼結体、金属箔等が挙げられる。金属焼結体としては、タングステン、モリブデンから選ばれる少なくとも1種からなるものが好ましい。金属箔も、金属焼結体と同じ材質からなることが望ましい。これらの金属は比較的酸化しにくく、電極として十分な導電性を有するからである。また、導電性セラミックとしては、タングステン、モリブデンの炭化物から選ばれる少なくとも1種を使用することができる。

- 20 図9および図10は、他の静電チャックにおける静電電極を模式的に示した水平断面図であり、図9に示す静電チャック20では、セラミック基板1の内部に半円形状のチャック正極静電層22とチャック負極静電層23が形成されており、図10に示す静電チャックでは、セラミック基板1の内部に円を4分割した形状のチャック正極静電層32a、32bとチャック負極静電層33a、33bが形成されている。また、2枚の正極静電層22a、22bおよび2枚のチャック負極静電層33a、33bは、それぞれ交差するように形成されている。

- 25 なお、円形等の電極が分割された形態の電極を形成する場合、その分割数は特に限定されず、5分割以上であってもよく、その形状も扇形に限定されない。

本発明に係る静電チャックとしては、例えば、図3に示すように、セラミック基板1とセラミック誘電体膜4との間にチャック正極静電層2とチャック負極静電層3とが設けられ、セラミック基板1の内部には抵抗発熱体5が設けられた構

成の静電チャック 101、図 5 に示すように、セラミック基板 1 とセラミック誘電体膜 4 との間にチャック正極静電層 2 とチャック負極静電層 3 とが設けられ、セラミック基板 1 の底面に抵抗発熱体 25 が設けられた構成の静電チャック 201、図 6 に示すように、セラミック基板 1 とセラミック誘電体膜 4 との間にチャック正極静電層 2 とチャック負極静電層 3 とが設けられ、セラミック基板 1 の内部に抵抗発熱体である金属線 7 が埋設された構成の静電チャック 301、図 7 に示すように、セラミック基板 1 とセラミック誘電体膜 4 との間にチャック正極静電層 2 とチャック負極静電層 3 とが設けられ、セラミック基板 1 の底面に熱電素子 81 とセラミック板 82 からなるペルチェ素子 8 が形成された構成の静電チャック 401 等が挙げられる。

これらの静電チャックを構成するセラミック基板は、破断面が粒子境界破壊の性状を示し、破壊靱性値が大きいこと、耐熱衝撃性に優れる。

本発明では、図 3 ～ 7 に示したように、セラミック基板 1 とセラミック誘電体膜 4 との間にチャック正極静電層 2 とチャック負極静電層 3 とが設けられ、セラミック基板 1 の内部に抵抗発熱体 5 や金属線 7 が形成されているため、これらと外部端子とを接続するための接続部（スルーホール） 16、17 が必要となる。

スルーホール 16、17 は、タングステンペースト、モリブデンペーストなどの高融点金属、タングステンカーバイド、モリブデンカーバイドなどの導電性セラミックを充填することにより形成される。

また、接続部（スルーホール） 16、17 の直径は、0.1 ～ 1.0 mm が望ましい。断線を防止しつつ、クラックや歪みを防止できるからである。

このスルーホールを接続パッドとして外部端子 6、18 を接続する（図 8（d）参照）。

接続は、半田、ろう材により行う。ろう材としては銀ろう、パラジウムろう、アルミニウムろう、金ろうを使用する。金ろうとしては、Au-Ni 合金が望ましい。Au-Ni 合金は、タングステンとの密着性に優れるからである。

Au/Ni の比率は、〔81.5 ～ 82.5（重量%）〕 / 〔18.5 ～ 17.5（重量%）〕 が望ましい。

Au-Ni 層の厚さは、0.1 ～ 50 μm が望ましい。接続を確保するに充分

な範囲だからである。また、 $10^{-6} \sim 10^{-5}$ Pa の高真空で $500 \sim 1000^{\circ}\text{C}$ の高温で使用すると Au-Cu 合金では劣化するが、Au-Ni 合金ではこのような劣化がなく有利である。また、Au-Ni 合金中の不純物元素量は全量を 100 重量部とした場合に 1 重量部未満であることが望ましい。

- 5 本発明では、必要に応じて、セラミック基板の有底孔に熱電対を埋め込んでおくことができる。熱電対により抵抗発熱体の温度を測定し、そのデータをもとに電圧、電流量を変えて、温度を制御することができるからである。

熱電対の金属線の接合部位の大きさは、各金属線の素線径と同一か、もしくは、それよりも大きく、かつ、 0.5 mm 以下がよい。このような構成によって、接
10 合部分の熱容量が小さくなり、温度が正確に、また、迅速に電流値に変換されるのである。このため、温度制御性が向上してウエハの加熱面の温度分布が小さくなるのである。

上記熱電対としては、例えば、JIS-C-1602 (1980) に挙げられるように、K 型、R 型、B 型、S 型、E 型、J 型、T 型熱電対が挙げられる。

- 15 図 11 は、以上のような構成の本発明の静電チャックを嵌め込むための支持容器 41 を模式的に示した断面図である。

支持容器 41 には、静電チャック 101 が断熱材 45 を介して嵌め込まれるようになっている。また、この支持容器 11 には、冷媒吹き出し口 42 が形成されており、冷媒注入口 44 から冷媒が吹き込まれ、冷媒吹き出し口 42 を通って吸
20 引口 43 から外部に出ていくようになっており、この冷媒の作用により、静電チャック 101 を冷却することができるようになっている。

次に、本発明の半導体製造・検査装置用セラミック基板の一例である静電チャックの製造方法の一例を図 8 (a) ~ (d) に示した断面図に基づき説明する。

- 25 (1) まず、窒化物セラミック、炭化物セラミックなどのセラミックの粉体をバインダおよび溶剤と混合してグリーンシート 50 を得る。

前述したセラミック粉体としては、例えば、窒素および水素気流中で $500 \sim 1000^{\circ}\text{C}$ で加熱することにより還元処理した窒化アルミニウム粉末などを使用することができる。また、窒化ホウ素等の不純物を $0.05 \sim 50\text{ ppm}$ (重量基準) の範囲で添加することができる。原料粉末の平均粒径は、 $0.1 \sim 1\text{ }\mu\text{m}$

が好ましい。

なお、後述する静電電極層印刷体 5 1 が形成されたグリーンシートの上に積層する数枚または 1 枚のグリーンシート 5 0' は、セラミック誘電体膜 4 となる層であるので、必要により、セラミック基板とは別の組成としてもよい。

- 5 ただし、通常、セラミック誘電体膜 4 の原料とセラミック基板 1 の原料とは、同じものを使用することが望ましい。これらは、一体として焼結することが多いため、焼成条件が同じになるからである。ただし、材料が異なる場合には、まず先にセラミック基板を製造しておき、その上に静電電極層を形成し、さらにその上にセラミック誘電体膜を形成することもできる。

- 10 また、バインダとしては、アクリル系バインダ、エチルセルロース、ブチルセロソルブ、ポリビニルアルコールから選ばれる少なくとも 1 種が望ましい。

さらに、溶媒としては、 α -テルピネオール、グリコールから選ばれる少なくとも 1 種が望ましい。

- 15 これらを混合して得られるペーストをドクターブレード法でシート状に成形してグリーンシート 5 0 を作製する。

グリーンシート 5 0 に、必要に応じ、シリコンウエハの支持ピンを挿通する貫通孔、熱電対を埋め込む凹部、スルーホールを形成する部分等に貫通孔を設けておくことができる。貫通孔は、パンチングなどにより形成することができる。

グリーンシート 5 0 の厚さは、0.1 ~ 5 mm 程度が好ましい。

- 20 次に、グリーンシート 5 0 の貫通孔に導体ペーストを充填し、スルーホール印刷体 5 3、5 4 を得、次に、グリーンシート 5 0 上に静電電極層や抵抗発熱体となる導体ペーストを印刷する。

- 25 印刷は、グリーンシート 5 0 の収縮率を考慮して所望のアスペクト比が得られるように行い、これにより静電電極層印刷体 5 1、抵抗発熱体層印刷体 5 2 を得る。

印刷体は、導電性セラミック、金属粒子などを含む導電性ペーストを印刷することにより形成する。

これらの導電性ペースト中に含まれる導電性セラミック粒子としては、タングステンまたはモリブデンの炭化物が最適である。酸化しにくく、熱伝導率が低下

しにくいからである。

また、金属粒子としては、例えば、タングステン、モリブデン、白金、ニッケルなどを使用することができる。

導電性セラミック粒子、金属粒子の平均粒子径は0.1～5 μmが好ましい。

- 5 これらの粒子は、大きすぎても小さすぎても導体用ペーストを印刷しにくいからである。

- 10 このようなペーストとしては、金属粒子または導電性セラミック粒子85～97重量部、アクリル系、エチルセルロース、ブチルセロソルブおよびポリビニルアルコールから選ばれる少なくとも1種のバインダ1.5～10重量部、α-テ
ルピネオール、グリコール、エチルアルコールおよびブタノールから選ばれる少
なくとも1種の溶媒を1.5～10重量部混合して調製した導体用ペーストが最
適である。

- 次に、図8(a)に示すように、印刷体51、52、53、54を有するグリー
ンシート50と、印刷体を有さないグリーンシート50'とを積層する。抵抗
15 発熱体形成側に印刷体を有さないグリーンシート50'を積層するのは、スルー
ホール端面が露出して、抵抗発熱体形成の焼成の際に酸化してしまうことを防
止するためである。もしスルーホール端面が露出したまま、抵抗発熱体形成の
焼成を行うのであれば、ニッケルなどの酸化しにくい金属をスパッタリングする
必要があり、さらに好ましくは、Au-Niの金ろうで被覆してもよい。

- 20 (2) 次に、図8(b)に示すように、積層体の加熱および加圧を行い、グリー
ンシートの積層体を形成する。

- この後、グリーンシートおよび導電ペーストを焼結させる。焼成の際の温度は、
1700～2000℃、焼成の際の加圧の圧力は100～200 kg/cm²が
好ましい。これらの加熱および加圧は、不活性ガス雰囲気で行う。不活性ガス
25 としては、アルゴン、窒素などを使用することができる。この焼成工程で、スルー
ホール16、17、端部の端面が尖頭状のチャック正極静電層2、チャック負
極静電層3、抵抗発熱体5等が形成される。

なお、焼成温度は、1700℃以上であることが望ましい。これよりも温度が

が困難となるからである。

本発明では、上記方法により、セラミック基板を製造した後、1400～2000℃で0.5～6時間、アニール処理を施すことが望ましい。これにより、結晶粒子に含有されていた酸素等の不純物が結晶外に排出され、粒界に偏析し、破壊面が粒界破壊の性状を示すようになるとともに、熱伝導率が改善される。

(3) 次に、図8(c)に示すように、外部端子接続のための袋孔35、36を設ける。

袋孔35、36の内壁は、少なくともその一部が導電化され、導電化された内壁は、チャック正極静電層2、チャック負極静電層3、抵抗発熱体5等と接続されていることが望ましい。

(4) 最後に、図8(d)に示すように、袋孔35、36に金ろうを介して外部端子6、18を設ける。さらに、必要に応じて、有底孔を設け、その内部に熱電対を埋め込むことができる。

半田は銀-鉛、鉛-スズ、ビスマス-スズなどの合金を使用することができる。なお、半田層の厚さは、0.1～50μmが望ましい。半田による接続を確保するに十分な範囲だからである。

なお、上記説明では静電チャック101(図3参照)を例にしたが、静電チャック201(図5参照)を製造する場合は、静電電極層を有するセラミック板を製造した後、このセラミック板の底面に導体ペーストを印刷、焼成し、抵抗発熱体25を形成し、この後、無電解めっき等により金属層25aを形成すればよい。また、静電チャック301(図6参照)を製造する場合は、セラミック粉末中に金属箔、金属線を静電電極や抵抗発熱体にして埋め込み、焼結すればよい。

さらに、静電チャック401(図7参照)を製造する場合は、静電電極層を有するセラミック板を製造した後、このセラミック板に溶射金属層を介してペルチエ素子を接合すればよい。

上記セラミック基板の表面および内部に導電体が配設され、表面の導体層がチャックトップ導体層であり、内部の導電体がガード電極またはグランド電極のいずれか少なくとも一方である場合には、本発明の半導体製造・検査装置用セラミック基板は、ウエハプローバとして機能する。

図 1 2 は、本発明のウエハプローバの一実施形態を模式的に示した断面図であり、図 1 3 は、図 1 2 に示したウエハプローバにおける A-A 線断面図である。

このウエハプローバ 5 0 1 では、円板形状のセラミック基板 6 3 の表面に平面視同心円形状の溝 6 7 が形成されるとともに、溝 6 7 の一部にシリコンウエハを吸引するための複数の吸引孔 6 8 が設けられており、溝 6 7 を含むセラミック基板 6 3 の大部分にシリコンウエハの電極と接続するためのチャックトップ導体層 6 2 が円形状に形成されている。

一方、セラミック基板 6 3 の底面には、シリコンウエハの温度をコントロールするために、図 1 に示したような平面視同心円形状の抵抗発熱体 6 1 が設けられており、抵抗発熱体 6 1 の両端には、外部端子（図示せず）が接続、固定されている。また、セラミック基板 6 3 の内部には、ストレイキャパシタやノイズを除去するために平面視格子形状のガード電極 6 5 とグランド電極 6 6（図 1 3 参照）とが設けられている。

上記静電チャックにおいて、抵抗発熱体 6 1 は、セラミック基板 6 3 の内部に設けられていてもよく、ガード電極 6 5 とグランド電極 6 6 の材質は、静電電極と同様のものでよい。

上記チャックトップ導体層 6 2 の厚さは、1～20 μm が望ましい。1 μm 未満では抵抗値が高くなりすぎて電極として働かず、一方、20 μm を超えると導体の持つ応力によって剥離しやすくなってしまいうからである。

チャックトップ導体層 6 2 としては、例えば、銅、チタン、クロム、ニッケル、貴金属（金、銀、白金等）、タングステン、モリブデンなどの高融点金属から選ばれる少なくとも 1 種の金属を使用することができる。

このような構成のウエハプローバでは、その上に集積回路が形成されたシリコンウエハを載置した後、このシリコンウエハにテストピンを持つプローブカードを押しつけ、加熱、冷却しながら電圧を印加して導通テストを行うことができる。また、セラミック基板が破壊面が粒界破壊の性状を示すため、耐熱衝撃性に優れる。また、セラミック基板にアニール処理等を施すことにより、熱伝導性に優れたセラミック基板となる。

なお、ウエハプローバを製造する場合には、例えば、静電チャックの場合と同

様に、初めに抵抗発熱体が埋設されたセラミック基板を製造し、その後、セラミック基板の表面に溝を形成し、続いて、溝が形成された表面部分にスパッタリングおよびめっき等を施して、金属層を形成すればよい。

5 発明を実施するための最良の形態

以下、本発明をさらに詳細に説明する。

(実施例1) 静電チャック (図3参照) の製造

(1) 窒化アルミニウム粉末 (トクヤマ社製、平均粒径 $0.6 \mu\text{m}$) 1000重量部、イットリア (平均粒径: $0.4 \mu\text{m}$) 40重量部、アクリルバイнда 115重量部、窒化ホウ素 0.002 重量部、分散剤 5重量部および1-ブタノールとエタノールとからなるアルコール 530重量部を混合したペーストを用い、ドクターブレード法による成形を行って、厚さ 0.47 mm のグリーンシートを得た。

(2) 次に、このグリーンシートを 80°C で5時間乾燥させた後、パンチングにより直径 1.8 mm 、 3.0 mm 、 5.0 mm の半導体ウエハ支持ピンを挿通する貫通孔となる部分、外部端子と接続するためのスルーホールとなる部分を設けた。

(3) 平均粒子径 $1 \mu\text{m}$ のタングステンカーバイド粒子 100重量部、アクリル系バイнда 3.0重量部、 α -テルピネオール溶媒 3.5重量部および分散剤 0.3 重量部を混合して導体ペーストAを調製した。

平均粒子径 $3 \mu\text{m}$ のタングステン粒子 100重量部、アクリル系バイнда 1.9重量部、 α -テルピネオール溶媒 3.7重量部および分散剤 0.2 重量部を混合して導体ペーストBを調製した。

この導体ペーストAをグリーンシートにスクリーン印刷で印刷し、導体ペースト層を形成した。印刷パターンは、同心円パターンとした。また、他のグリーンシートに図2に示した形状の静電電極パターンからなる導体ペースト層を形成した。

さらに、外部端子を接続するためのスルーホール用の貫通孔に導体ペーストBを充填した。

上記処理の終わったグリーンシート50に、さらに、タングステンペーストを印刷しないグリーンシート50'を上側（加熱面）に34枚、下側に13枚積層し、その上に静電電極パターンからなる導体ペースト層を印刷したグリーンシート50を積層し、さらにその上にタングステンペーストを印刷していないグリーンシート50'を2枚積層し、これらを130℃、80kg/cm²の圧力で圧着して積層体を形成した（図8（a）参照）。

（4）次に、得られた積層体を窒素ガス中、600℃で5時間脱脂し、1890℃、圧力200kg/cm²で3時間ホットプレスし、厚さ3mmの窒化アルミニウム板状体を得た。これを230mmの円板状に切り出し、内部に厚さ6μm、幅10mmの抵抗発熱体5および厚さ10μmのチャック正極静電層2、チャック負極静電層3を有する窒化アルミニウム製の板状体とした（図8（b）参照）。この後、この板状体に、1700℃、3時間のアニール処理を施した。

この焼結体の破壊断面を電子顕微鏡（×2000）で観察したところ、粒子境界破壊であった。また、平均粒子直径は、5μmであった。さらに、EPMA（島津製作所製 EPM-810S）で断面を観察したところ、粒子の境界にY、B、Oを確認した。

（5）次に、（4）で得られた板状体を、ダイヤモンド砥石で研磨した後、マスクを載置し、SiC等によるブラスト処理で表面に熱電対のための有底孔（直径：1.2mm、深さ：2.0mm）を設けた。

（6）さらに、スルーホールが形成されている部分をえぐり取って袋孔35、36とし（図8（c）参照）、この袋孔35、36にNi-Auからなる金ろうを用い、700℃で加熱リフローしてコパール製の外部端子6、18を接続させた（図8（d）参照）。

なお、外部端子の接続は、タングステンの支持体が3点で支持する構造が望ましい。接続信頼性を確保することができるからである。

（7）次に、温度制御のための複数の熱電対を有底孔に埋め込み、抵抗発熱体を有する静電チャックの製造を完了した。

（実施例2）熱電チャック（図5参照）の製造

量部、イットリア（平均粒径：0.4 μm ）40重量部、アクリルバイнда 115重量部、窒化ホウ素0.002重量部、シリカ0.05重量部、 Na_2O ：0.001重量部、分散剤5重量部および1-ブタノールとエタノールとからなるアルコール530重量部を混合したペーストを用い、ドクターブレード法による成形を行って、厚さ0.47 mmのグリーンシートを得た。

（2）次に、このグリーンシートを80℃で5時間乾燥させた後、パンチングにより直径1.8 mm、3.0 mm、5.0 mmの半導体ウエハ支持ピンを挿通する貫通孔となる部分、外部端子と接続するためのスルーホールとなる部分を設けた。

- 10 （3）平均粒子径1 μm のタングステンカーバイド粒子100重量部、アクリル系バイнда 3.0重量部、 α -テルピネオール溶媒3.5重量部および分散剤0.3重量部を混合して導体ペーストAを調製した。

- 平均粒子径3 μm のタングステン粒子100重量部、アクリル系バイнда 1.9重量部、 α -テルピネオール溶媒3.7重量部および分散剤0.2重量部を混合して導体ペーストBを調製した。
- 15

この導体ペーストAをグリーンシートにスクリーン印刷で印刷し、図10に示した形状の静電電極パターンからなる導体ペースト層を形成した。

さらに、外部端子を接続するためのスルーホール用の貫通孔に導体ペーストBを充填した。

- 20 上記処理の終わったグリーンシートに、さらに、タングステンペーストを印刷しないグリーンシートを上側（加熱面）に1枚、下側に48枚積層し、これらを130℃、80 kg/cm²の圧力で圧着して積層体を形成した。

- （4）次に、得られた積層体を窒素ガス中、600℃で5時間脱脂し、1890℃、圧力150 kg/cm²で3時間ホットプレスし、厚さ3 mmの窒化アルミニウム板状体を得た。これを230 mmの円板状に切り出し、内部に厚さ15 μm のチャック正極静電層2およびチャック負極静電層3を有する窒化アルミニウム製の板状体とした。この後、この板状体に、1700℃、3時間のアニール処理を施した。
- 25

この焼結体の破壊断面を電子顕微鏡（ $\times 2000$ ）で観察したところ、粒子境

界破壊であった。また、平均粒子直径は、 $5\text{ }\mu\text{m}$ であった。さらに、EPMA（島津製作所製 EPM-810S）で断面を観察したところ、粒子の境界にY、Na、Si、Oを確認した。

5 (5) 上記(4)で得た板状体の底面にマスクを載置し、SiC等によるブラスト処理で表面に熱電対のための凹部（図示せず）等を設けた。

(6) 次に、ウエハ載置面に対向する面（底面）に抵抗発熱体用の導体ペーストを形成した。導電ペーストは、プリント配線板のスルーホール形成に使用されている徳力化学研究所製のソルベストPS603Dを使用した。この導電ペーストは、銀／鉛ペーストであり、酸化鉛、酸化亜鉛、シリカ、酸化ホウ素、アルミナ
10 からなる金属酸化物（それぞれの重量比率は、5／55／10／25／5）を銀100重量部に対して7.5重量部含むものであった。

また、銀の形状は平均粒径 $4.5\text{ }\mu\text{m}$ でリン片状のものであった。

(7) 導電ペーストを印刷した板状体を 780°C で加熱焼成して、導電ペースト中の銀、鉛を焼結させるとともにセラミック基板25に焼き付けた。さらに硫酸
15 ニッケル $30\text{ g}/1$ 、ほう酸 $30\text{ g}/1$ 、塩化アンモニウム $30\text{ g}/1$ およびロッシェル塩 $60\text{ g}/1$ を含む水溶液からなる無電解ニッケルめっき浴に板状体を浸漬して、銀の焼結体からなる抵抗発熱体25の表面に厚さ $1\text{ }\mu\text{m}$ 、ホウ素の含有量が1重量%以下のニッケルからなる金属被覆層25aを析出させた。この後、板状体に、 120°C で3時間アニーリング処理を施した。

20 (8) 銀の焼結体からなる抵抗発熱体25は、厚さが $5\text{ }\mu\text{m}$ 、幅 2.4 mm であり、面積抵抗率が $7.7\text{ m}\Omega/\square$ であった。

(8) 次に、セラミック基板1にスルーホール16を露出させるための袋孔を設けた。この袋孔にNi-Au合金（Au81.5重量%、Ni18.4重量%、不純物0.1重量%）からなる金ろうを用い、 970°C で加熱リフローしてコバ
25 ール製の外部端子ピンを接続させた。また、抵抗発熱体に半田（スズ9／鉛1）を介してコバール製の外部端子ピンを形成した。

(9) 次に、温度制御のための複数熱電対を凹部に埋め込み、静電チャック201を得た。

(10) 次に、この静電チャック201を図11の断面形状を有するステンレス

製の支持容器 4 1 にセラミックファイバー（イビデン社製 商品名 イビウール）からなる断熱材 4 5 を介して嵌め込んだ。この支持容器 4 1 は冷却ガスの冷媒吹き出し口 4 2 を有し、静電チャック 2 0 1 の温度調整を行うことができる。

この支持容器 4 1 に嵌め込まれた静電チャック 2 0 1 の抵抗発熱体 2 5 に通電を行って、温度を上げ、また、支持容器に冷媒を流して静電チャック 2 0 1 の温度を制御したが、極めて良好に温度を制御することができた。

（実施例 3） 静電チャック 3 0 1 （図 6）の製造

（1）厚さ $10\ \mu\text{m}$ のタングステン箔を打抜き加工することにより図 9 に示した形状の電極 2 枚を形成した。

この電極 2 枚とタングステン線を窒化アルミニウム粉末（トクヤマ社製、平均粒径 $0.6\ \mu\text{m}$ ）1000 重量部、イットリア（平均粒径： $0.4\ \mu\text{m}$ ）40 重量部、アクリルバイнда 115 重量部および窒化ホウ素 0.002 重量部、シリカ 0.05 重量部、カルシア 0.001 重量部からなる混合物とともに成形型中に入れ、窒素ガス中、 1890°C 、圧力 $200\ \text{kg}/\text{cm}^2$ で 3 時間ホットプレスし、厚さ $3\ \text{mm}$ の窒化アルミニウム板状体を得た。これを直径 $230\ \text{mm}$ の円板状に切り出して板状体とした。このとき、静電電極層の厚さは、 $10\ \mu\text{m}$ であった。

（2）この板状体に対し、実施例 1 の（5）～（7）の工程を実施し、静電チャック 3 0 1 を得た。

この焼結体の破壊断面を電子顕微鏡（ $\times 2000$ ）で観察したところ、粒子境界破壊であった。また、平均粒子直径は、 $5\ \mu\text{m}$ であった。さらに、EPMA（島津製作所製 EPM-810S）で断面を観察したところ、粒子の境界に Y、Ca、Si、O を確認した。

（実施例 4） 静電チャック 4 0 1 （図 7）の製造

実施例 2 の（1）～（5）の工程を実施した後、さらに底面にニッケルを溶射し、この後、鉛・テルル系のペルチェ素子を接合させることにより、静電チャック 4 0 1 を得た。

このようにして製造した静電チャックは、降温特性に優れ、ペルチェ素子で冷却したところ 450°C から 100°C まで 3 分で降温した。

(比較例 1)

(1) 空气中で 500℃加熱処理した窒化アルミニウム粉末（トクヤマ社製、平均粒径 0.6 μm）1000 重量部、アルミナ（平均粒径：0.4 μm）20 重量部、アクリルバイнда 115 重量部、ポリエーテルスルフォン 5 重量部、シリカ 0.03 重量部、分散剤 5 重量部および 1-ブタノールとエタノールとからなるアルコール 530 重量部を混合したペーストを用い、ドクターブレード法による成形を行って、厚さ 0.47 mm のグリーンシートを得たほかは、実施例 1 と同様にして、静電チャックを得た。

(実施例 5) ウエハプロバ 201（図 12、13 参照）の製造

10 (1) 窒化アルミニウム粉末（トクヤマ社製、平均粒径 0.6 μm）1000 重量部、イットリア（平均粒径：0.4 μm）40 重量部、アクリルバイнда 115 重量部、窒化ホウ素 0.002 重量部、分散剤 5 重量部および 1-ブタノールとエタノールとからなるアルコール 530 重量部を混合したペーストを用い、ドクターブレード法による成形を行って、厚さ 0.47 mm のグリーンシートを得た。

(2) 次に、このグリーンシートを 80℃で 5 時間乾燥させた後、パンチングにて発熱体と外部端子ピンと接続するためのスルーホール用の貫通孔を設けた。

(3) 平均粒子径 1 μm のタングステンカーバイド粒子 100 重量部、アクリル系バイнда 3.0 重量部、α-テルピネオール溶媒 3.5 重量および分散剤 0.3 重量部を混合して導電性ペースト A とした。

また、平均粒子径 3 μm のタングステン粒子 100 重量部、アクリル系バイнда 1.9 重量部、α-テルピネオール溶媒を 3.7 重量部、分散剤 0.2 重量部を混合して導電性ペースト B とした。

次に、グリーンシートに、この導電性ペースト A を用いたスクリーン印刷で、格子状のガード電極用印刷体、グランド電極用印刷体を印刷した。

また、端子ピンと接続するためのスルーホール用の貫通孔に導電性ペースト B を充填した。

さらに、印刷されたグリーンシートおよび印刷がされていないグリーンシートを 50 枚積層して 130℃、80 kg/cm² の圧力で一体化することにより積

層体を作製した。

(4) 次に、この積層体を窒素ガス中で600℃で5時間脱脂し、1890℃、
圧力200 kg/cm²で3時間ホットプレスし、厚さ3 mmの窒化アルミニウ
ム板状体を得た。得られた板状体を、直径300 mmの円形状に切り出してセラ
ミックス製の板状体とした。スルーホール16の大きさは、直径0.2 mm、深さ
0.2 mmであった。

また、ガード電極65、グランド電極66の厚さは10 μm、ガード電極65
の形成位置は、ウエハ載置面から1 mm、グランド電極66の形成位置は、ウエ
ハ載置面から1.2 mmであった。また、ガード電極65およびグランド電極6
6の導体非形成領域66aの1辺の大きさは、0.5 mmであった。

(5) 上記(4)で得た板状体を、ダイヤモンド砥石で研磨した後、マスクを載
置し、SiC等によるブラスト処理で表面に熱電対のための凹部およびウエハ吸
着用の溝67(幅0.5 mm、深さ0.5 mm)を設けた。

(6) さらに、ウエハ載置面に対向する面に発熱体61を形成するための層を印
刷した。印刷は導電ペーストを用いた。導電ペーストは、プリント配線板のスル
ーホール形成に使用されている徳力化学研究所製のソルベストPS603Dを使
用した。この導電ペーストは、銀/鉛ペーストであり、酸化鉛、酸化亜鉛、シリ
カ、酸化ホウ素、アルミナからなる金属酸化物(それぞれの重量比率は、5/5
5/10/25/5)を銀100重量部に対して7.5重量部含むものであった。

また、銀の形状は平均粒径4.5 μmでリン片状のものであった。

(7) 導電ペーストを印刷したセラミック基板を780℃で加熱焼成して、導電
ペースト中の銀、鉛を焼結させるとともにセラミック基板43に焼き付けた。さ
らに硫酸ニッケル30 g/l、ほう酸30 g/l、塩化アンモニウム30 g/l
およびロッシェル塩60 g/lを含む水溶液からなる無電解ニッケルめっき浴に
ヒータ板を浸漬して、銀の焼結体からなる抵抗発熱体61の表面に厚さ1 μm、
ホウ素の含有量が1重量%以下のニッケル層(図示せず)を析出させた。この後、
セラミック基板は、120℃で3時間アニーリング処理を施した。

この焼結体の破壊断面を電子顕微鏡(×2000)で観察したところ、粒子境
界破壊であった。また、平均粒子直径は、5 μmであった。さらに、EPMA(

島津製作所製 EPM-810S) で断面を観察したところ、粒子の境界にY、B、Oを確認した。

銀の焼結体からなる発熱体は、厚さが5 μ m、幅2.4mmであり、面積抵抗率が7.7 m Ω /□であった。

- 5 (8) 溝67が形成された面に、スパッタリング法により、順次、チタン層、モリブデン層、ニッケル層を形成した。スパッタリングのための装置は、日本真空技術株式会社製のSV-4540を使用した。スパッタリングの条件は気圧0.6 Pa、温度100℃、電力200Wであり、スパッタリング時間は、30秒から1分の範囲内で、各金属によって調整した。

- 10 得られた膜の厚さは、蛍光X線分析計の画像から、チタン層は0.3 μ m、モリブデン層は2 μ m、ニッケル層は1 μ mであった。

- (9) 硫酸ニッケル30 g/l、ほう酸30 g/l、塩化アンモニウム30 g/lおよびロッシェル塩60 g/lを含む水溶液からなる無電解ニッケルめっき浴に、上記(8)で得られたセラミック基板を浸漬し、スパッタリングにより形成
15 された金属層の表面に厚さ7 μ m、ホウ素の含有量が1重量%以下のニッケル層を析出させ、120℃で3時間アニーリングした。

発熱体表面は、電流を流さず、電解ニッケルめっきで被覆されない。

- さらに、表面にシアン化金カリウム2 g/l、塩化アンモニウム75 g/l、クエン酸ナトリウム50 g/lおよび次亜リン酸ナトリウム10 g/lを含む無
20 電解金めっき液に、93℃の条件で1分間浸漬し、ニッケルめっき層上に厚さ1 μ mの金めっき層を形成した。

- (10) 溝67から裏面に抜ける空気吸引孔68をドリル加工により形成し、さらにスルーホール16を露出させるための袋孔(図示せず)を設けた。この袋孔にNi-Au合金(Au81.5重量%、Ni18.4重量%、不純物0.1重量%)からなる金ろうを用い、970℃で加熱リフローしてコパール製の外部端子ピンを接続させた。また、発熱体に半田(スズ90重量%/鉛10重量%)を介してコパール製の外部端子ピンを形成した。

- (11) 次に、温度制御のための複数熱電対を凹部に埋め込み、ウエハプローバヒータ201を得た。

(実施例 6 ～ 11)

本実施例は、実施例 1 と同様であるが、焼成温度を変えることにより、破壊断面におけるセラミック粒子の平均直径を変え、破壊靱性値と曲げ強度、熱伝導率の関係を調べた。なお、実施例 6 では、平均粒子径 $0.2 \mu\text{m}$ のものを使用した。

5 (実施例 12)

窒化珪素粉末（トクヤマ社製、平均粒径 $0.6 \mu\text{m}$ ）100 重量部、イットリア（平均粒径： $0.4 \mu\text{m}$ ）40 重量部、アルミナ 20 重量部、シリカ 40 重量部、アクリルバイнда 11.5 重量部、分散剤 0.5 重量部および 1-ブタノールとエタノールとからなるアルコール 53 重量部を混合したペーストを用い、
10 クターブレード法による成形を行って、厚さ 0.50 mm のグリーンシートを得た。

この後、焼成温度を 1900°C としたこと以外、実施例 1 と同様にして、静電チャックを製造した。

(実施例 13)

15 本実施例は、実施例 1 と同様であるが、 1650°C で焼成した。破壊顔面を電子顕微鏡（ $\times 2000$ ）で観察したところ、粒子径は $12 \mu\text{m}$ と大きかった。 1700°C 位までは、焼結粒子径が大きくなると考えられる。逆に、 1700°C を超えると、焼成温度が高温になるほど粒子径が大きくなるように考えられる。

また、アニールしているにも拘わらず、不純物が充分排出されているとは考え
20 られず、熱伝導率も低い。

(実施例 14)

本実施例は、実施例 1 と同様であるが、イットリアを入れないグリーンシートを作製しておき、このグリーンシートを積層体の両側に配置してホットプレスを行なった。

25 本実施例で得られた焼結体は、結晶粒子の三重点に不純物元素（Y、O）が偏在化している不純物存在領域（図 17 参照）と、結晶粒子の三重点に不純物が偏在していない不純物元素不存在領域（図 18 参照）とが混在しているものであった。また、この焼結体の厚さ方向に、 100°C 、 200°C 、 300°C 、 400°C 、および、 500°C のそれぞれの温度で、 5 kV の電圧を印加して、絶縁破壊の有

無を調べたところ、いずれの温度においても絶縁破壊は観察されなかった。なお、実施例 1 で作製した焼結体について同様に絶縁破壊の有無を調べた際には、50℃で絶縁破壊が観察された。

(実施例 1 5)

- 5 本実施例は、実施例 2 と同様であるが、イットリアを入れないグリーンシートを作製しておき、このグリーンシートを積層体の両側に配置してホットプレスを行なった。本実施例で得られた焼結体は、不純物存在領域と不純物元素不存在領域とが混在しているものであった。また、絶縁破壊の有無について、実施例 1 4 と同様の方法を用いて調べたところ、本実施例で得られた焼結体についても絶縁破壊は観察されなかった。

(実施例 1 6)

- 本実施例は、実施例 3 と同様であるが、イットリアを入れないグリーンシートを作製しておき、電極と混合物とを成形型中に入れる際に、混合物の両側に上記グリーンシートを配置してホットプレスを行なった。本実施例で得られた焼結体は、不純物存在領域と不純物元素不存在領域とが混在しているものであった。また、絶縁破壊の有無について、実施例 1 4 と同様の方法を用いて調べたところ、本実施例で得られた焼結体についても絶縁破壊は観察されなかった。

(実施例 1 7)

- 本実施例は、実施例 4 と同様であるが、イットリアを入れないグリーンシートを作製しておき、このグリーンシートを積層体の両側に配置してホットプレスを行なった。本実施例で得られた焼結体は、不純物存在領域と不純物元素不存在領域とが混在しているものであった。また、絶縁破壊の有無について、実施例 1 4 と同様の方法を用いて調べたところ、本実施例で得られた焼結体についても絶縁破壊は観察されなかった。

25 評価方法

(1) 破壊靱性値

破壊靱性値は、ビッカース硬度計（明石製作所社製 MVK-D 型）を用い、圧子を表面に圧入し、発生したクラック長さを測定し、これを以下の計算式（1

$$\text{破壊靱性値} = 0.026 \times E^{1/2} \times 0.5 \times P^{1/2} \times a \times C^{-3/2} \dots (1)$$

ただし、Eは、ヤング率 ($3.18 \times 10^{11} \text{ Pa}$)、Pは、押し込み荷重 (98 N)、aは、圧痕対角線平均長さの半分 (m)、Cは、クラックの長さの平均の半分 (m) である。

- 5 以下の表1～3に、実施例および比較例で得られたセラミック基板の破壊靱性値を列記する。

(2) 破壊断面の観察

破壊断面を電子顕微鏡にて2000倍で観察し、粒子内破壊であるか否かを確認した。図14、15に実施例1および比較例1で得られたセラミック基板の破

- 10 壊断面の走査型電子顕微鏡 (SEM) 写真を添付した。

(3) 熱伝導率の測定

a. 使用機器

リガクレーザーフラッシュ法熱定数測定装置

LF/TCM-FA8510B

- 15 b. 試験条件

温度・・・常温

雰囲気・・・真空

c. 測定方法

- ・比熱測定における温度検出は、試料裏面に銀ペーストで接着した熱電対 (プ
20 ラチネル) により行った。

・常温比熱測定はさらに試料上面に受光板 (グラッシーカーボン) をシリコングリースを介して接着した状態で行い、試料の比熱 (C_p) は、下記の計算式 (2) により求めた。

$$25 \quad C_p = \left\{ \frac{\Delta O}{\Delta T} - C_{p_{G.C}} \cdot W_{G.C} - C_{p_{S.G}} \cdot W_{S.G} \right\} \frac{1}{W} \dots (2)$$

上記計算式 (2) において、 ΔO は、入力エネルギー、 ΔT は、試料の温度上昇の飽和値、 $C_{p_{G.C}}$ は、グラッシーカーボンの比熱、 $W_{G.C}$ は、グラッシーカーボンの重量、 $C_{p_{S.G}}$ は、シリコングリースの比熱、 $W_{S.G}$ は、シリコングリースの

重量、Wは、試料の重量である。

(4) 曲げ強度

強度の測定は、インストロン万能試験機（4507型 ロードセル；500 kg f）を用い、温度が25℃の大気中、クロスヘッド速度：0.5 mm/分、スパン距離L：30 mm、試験片の厚さ：3.06 mm、試験片の幅：4.03 mmで実施し、以下の計算式（3）を用いて3点曲げ強度 σ （kg f/mm²）を算出した。

$$\sigma = \frac{3PL}{2wt^2} \quad \dots (3)$$

10

表 1

	破壊靱性値 (MPa・m ^{1/2})	熱伝導率 (W/mK)	破壊断面
実施例 1	3.1	180	粒界破壊
実施例 2	4.0	190	粒界破壊
実施例 3	3.5	185	粒界破壊
実施例 4	3.0	180	粒界破壊
実施例 5	3.1	180	粒界破壊
比較例 1	2.5	85	粒子内破壊

表 2

	焼成温度 (°C)	破壊断面粒 子径(μm)	曲げ強度 (MPa)	破壊靱性値 ($\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$)	熱伝導率 (W/mK)	破壊断面
実施例 6	1710	0.5	400	3.0	170	粒界破壊
実施例 7	1750	1	450	3.0	175	粒界破壊
実施例 8	1800	3	500	3.5	185	粒界破壊
実施例 9	1890	5	500	4.0	190	粒界破壊
実施例 10	1900	10	300	2.8	185	粒界破壊
実施例 11	1950	15	280	2.5	180	粒界破壊
実施例 12	1900	8	700	7.0	40	粒界破壊
実施例 13	1650	12	285	2.6	170	粒界破壊

表 3

	破壊靱性値 ($\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$)	熱伝導率 (W/mK)	破壊断面
実施例 14	4.3	200	粒界破壊
実施例 15	4.5	200	粒界破壊
実施例 16	4.4	200	粒界破壊
実施例 17	4.4	200	粒界破壊

上記表 1～3 から明らかなように、実施例 1～17 に係るホットプレート付き

静電チャック、ウエハプローバでは、熱伝導率が高く、破断面が粒界破壊の性状を示しているため、破壊靱性値が高い。一方、比較例 1 に係るホットプレート付き静電チャックでは、破壊靱性値が低く、耐熱衝撃性に劣る。また、低熱伝導率である。

5

産業上利用の可能性

以上、説明したように、本発明の半導体製造・検査装置用セラミック基板では、高い破壊靱性値を確保することができるために耐熱衝撃性に優れるとともに、熱伝導率も高く、ホットプレート、静電チャック、ウエハプローバ等として好適な

10 半導体製造・検査装置用セラミック基板を提供することができる。

請求の範囲

1. セラミック基板の表面または内部に導電体が形成されてなる半導体製造・検査装置用セラミック基板において、

5 前記セラミック基板は、その破壊断面が粒子境界破壊となるように焼結されてなることを特徴とする半導体製造・検査装置用セラミック基板。

2. 前記破壊断面のセラミック粒子の平均直径は、 $0.5 \sim 10 \mu\text{m}$ である請求の範囲1に記載の半導体製造・検査装置用セラミック基板。

10

3. 前記破壊断面のセラミック粒子の境界に不純物元素が偏在してなる請求の範囲1に記載の半導体製造・検査装置用セラミック基板。

4. セラミック基板の熱伝導率は、 $100 \text{ W/m} \cdot \text{K}$ 以上である請求の範囲1に記載の半導体製造・検査装置用セラミック基板。

15

5. 前記セラミック基板は、結晶粒子の三重点に不純物元素が偏在化している不純物存在領域と、結晶粒子の三重点に不純物が偏在していない不純物元素不存在領域とが混在してなる請求の範囲1に記載の半導体製造・検査装置用セラミック

20 基板。

図 1

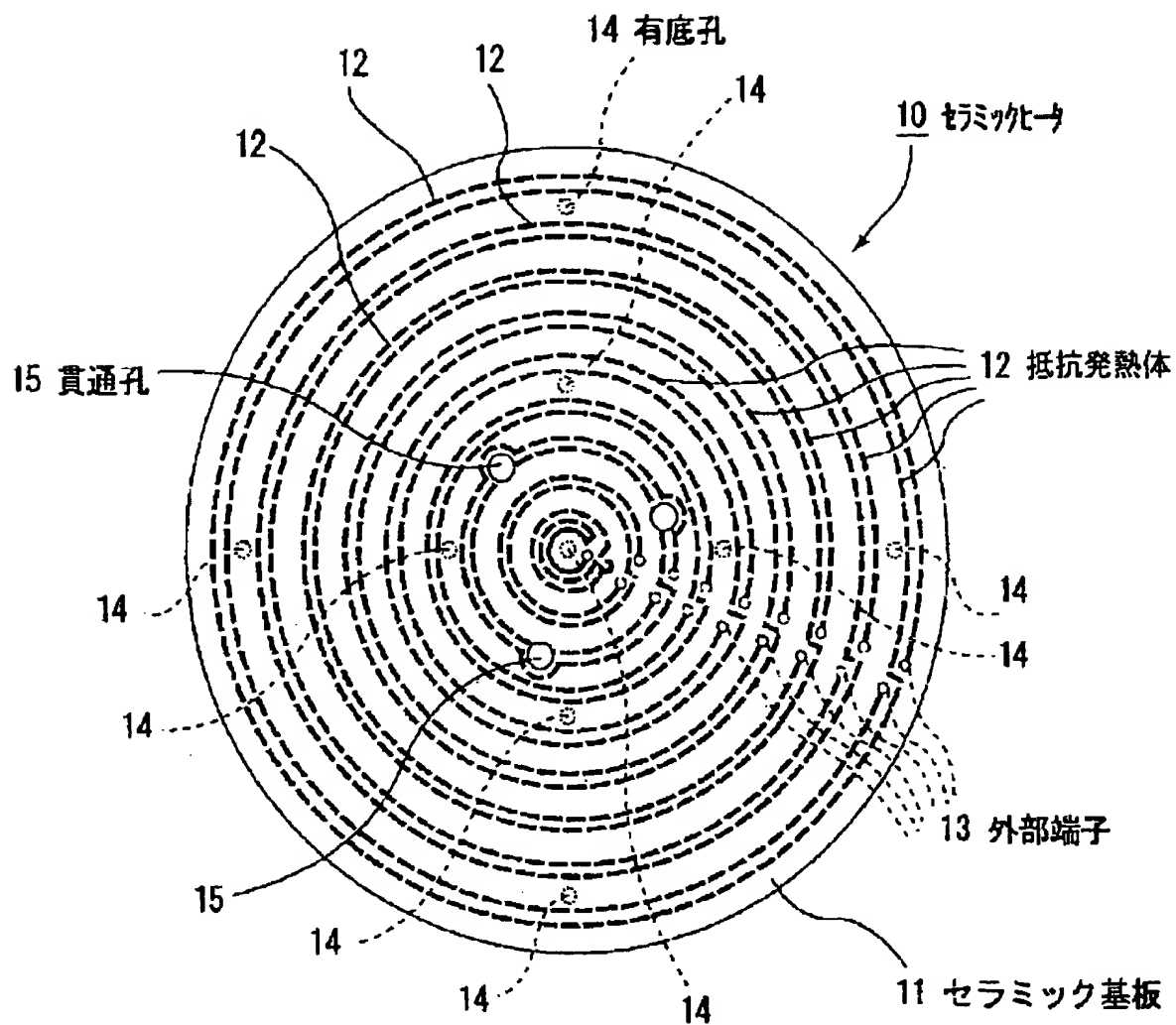
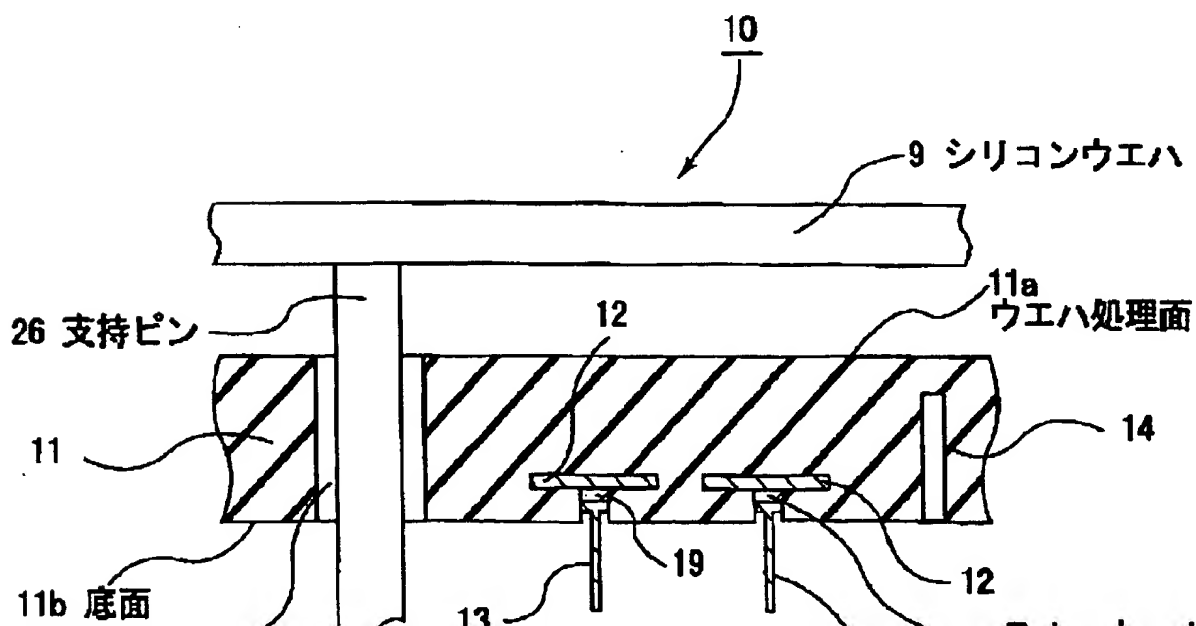


図 2



THIS PAGE BLANK (USPTO)

2 / 1 2

図 3

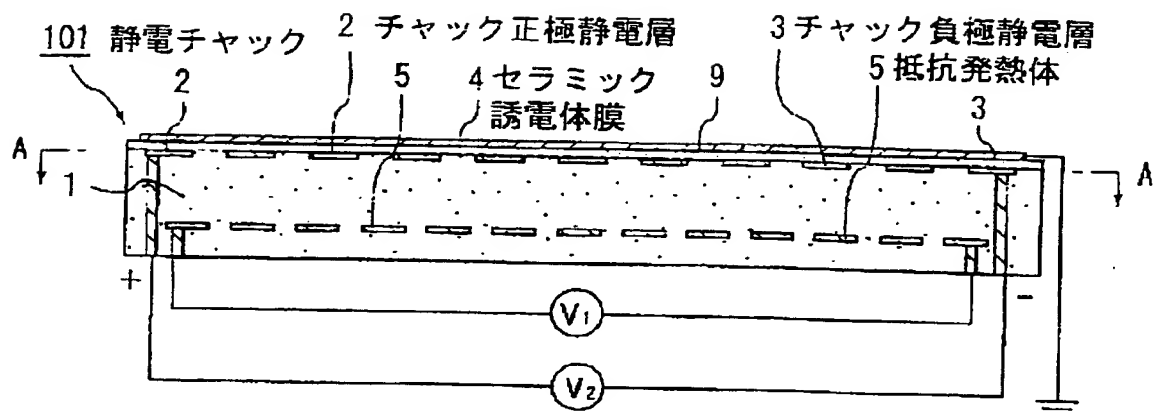
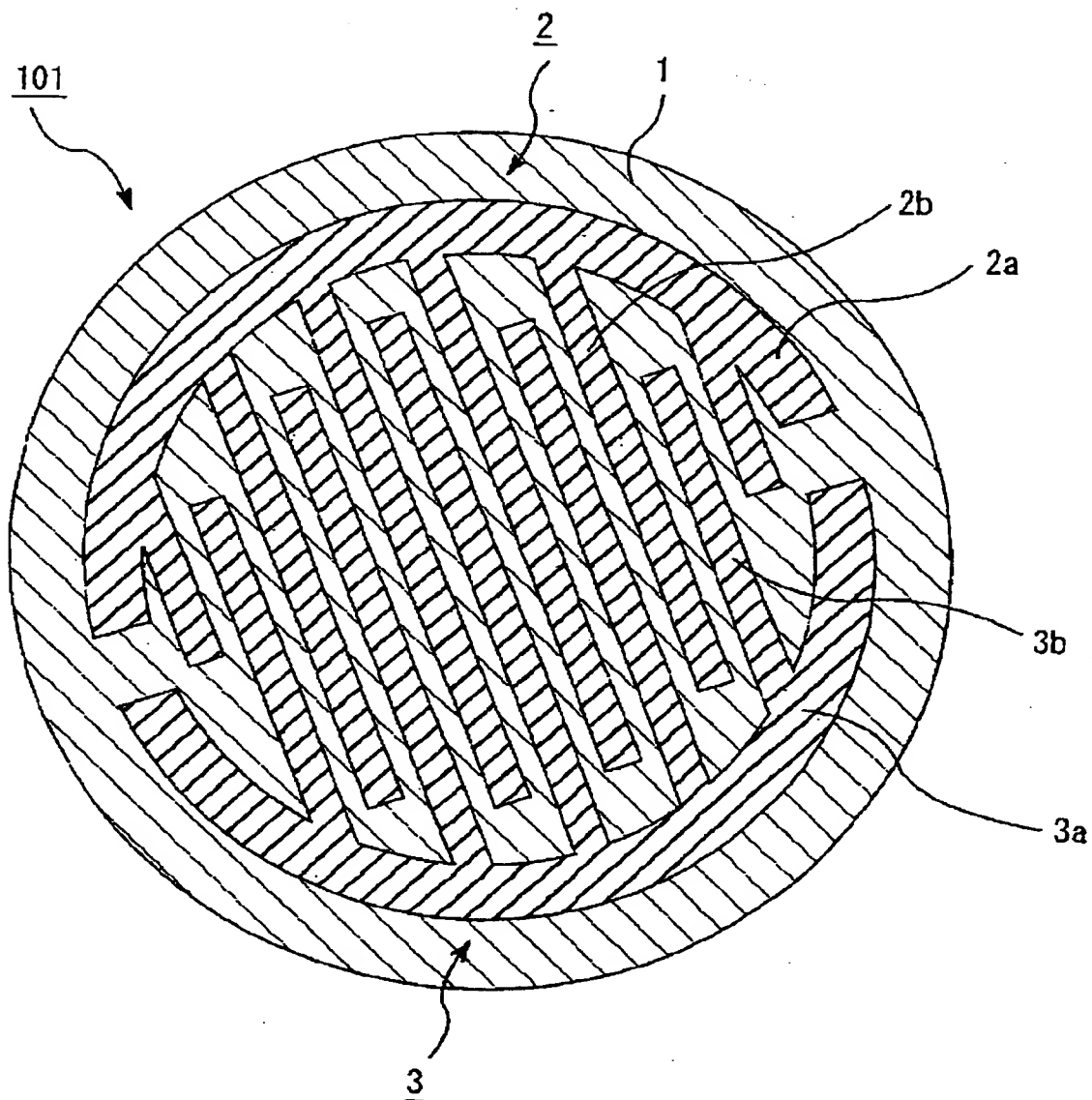


図 4



THIS PAGE BLANK (USPTO)

図 5

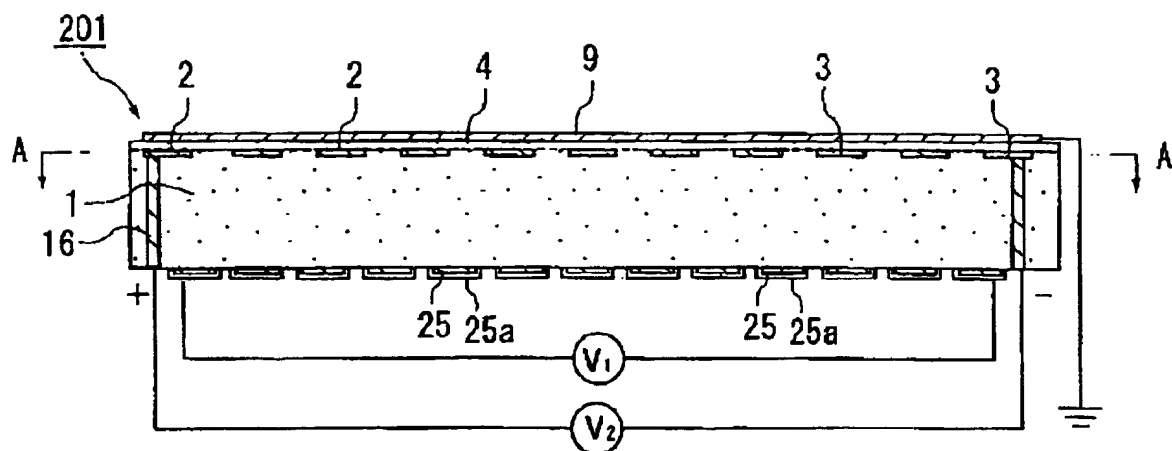


図 6

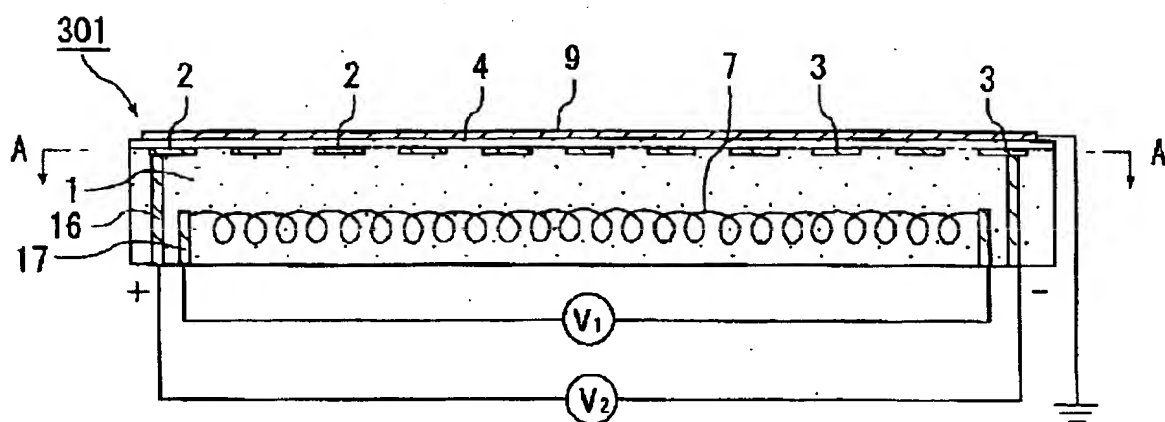
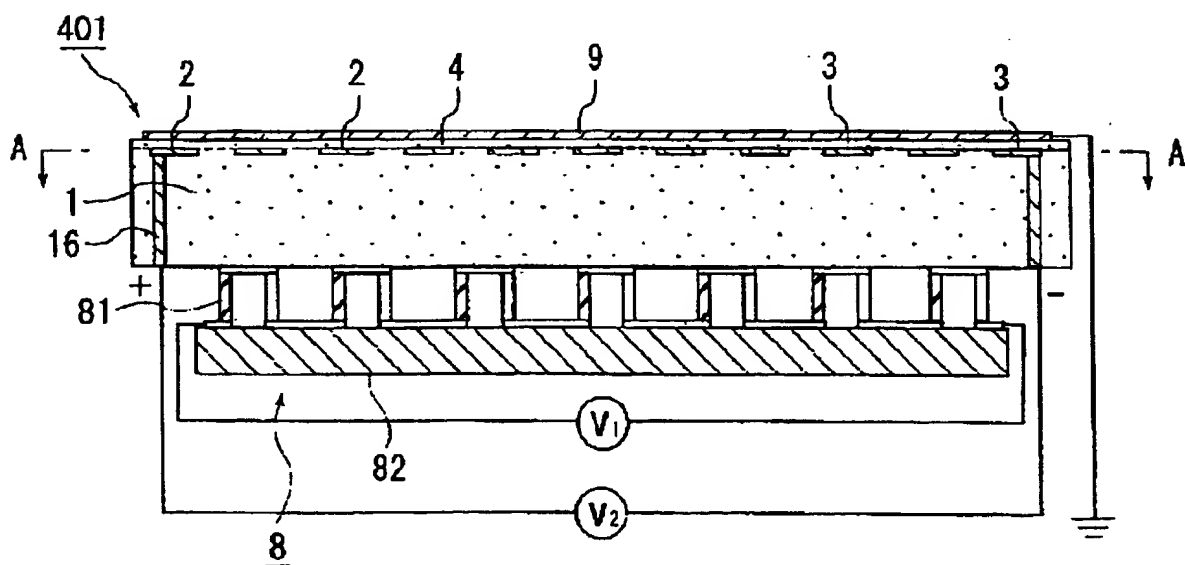
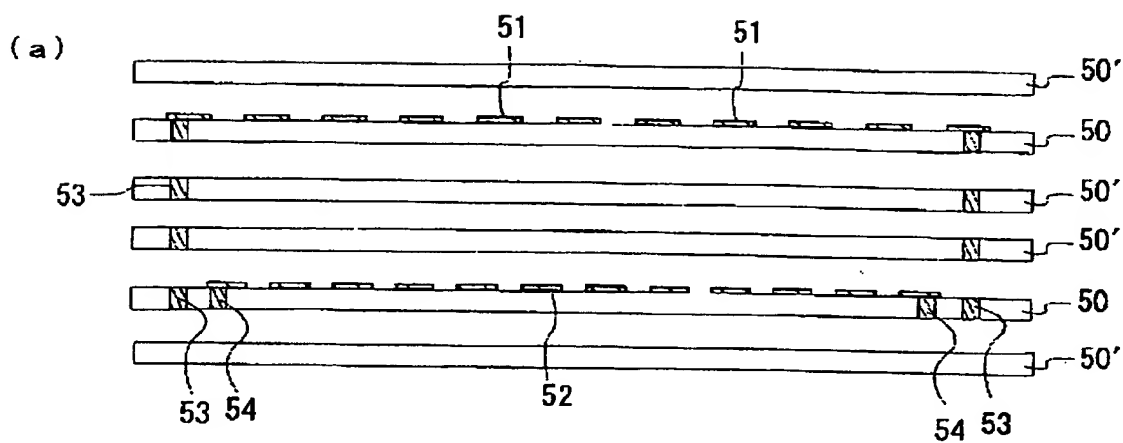


図 7

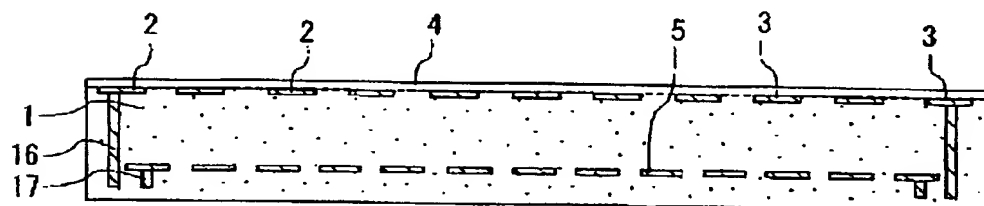


THIS PAGE BLANK (USPTO)

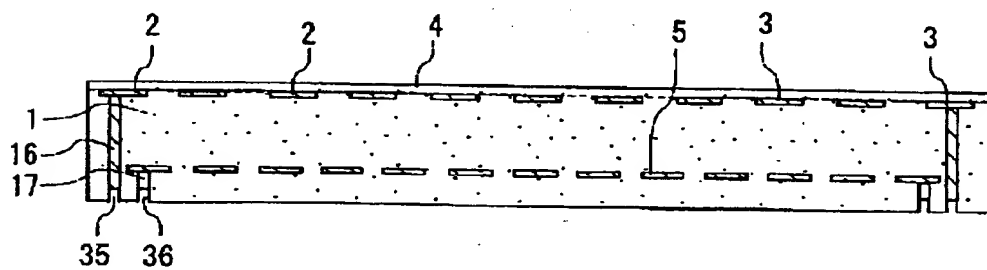
8



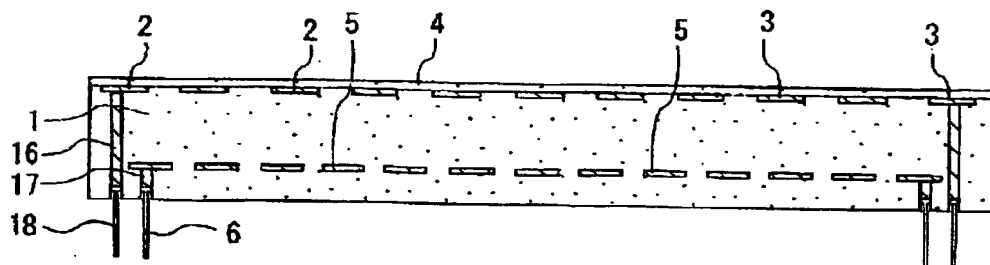
(b)



(c)



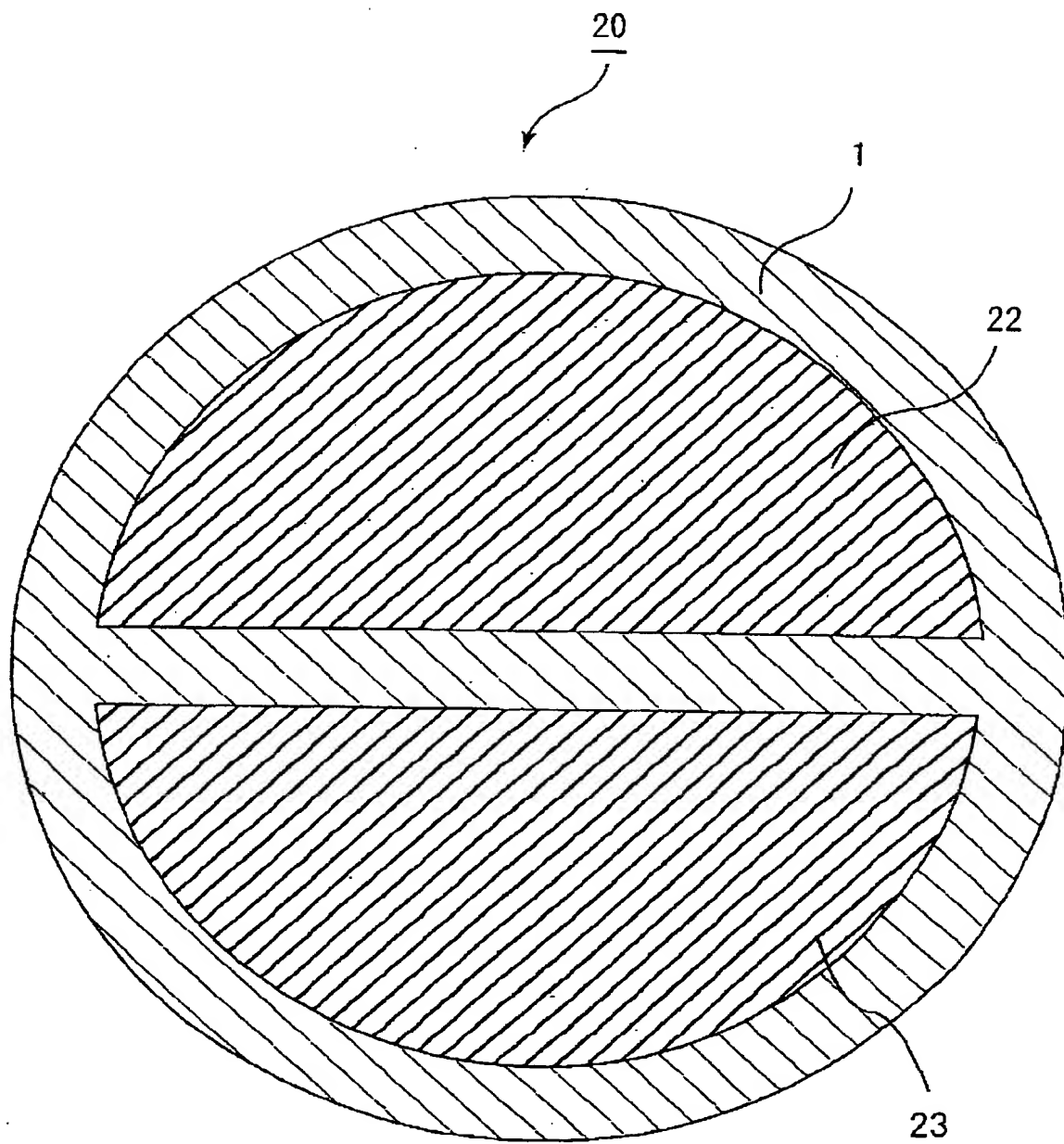
(d)



THIS PAGE BLANK (USPTO)

5 / 1 2

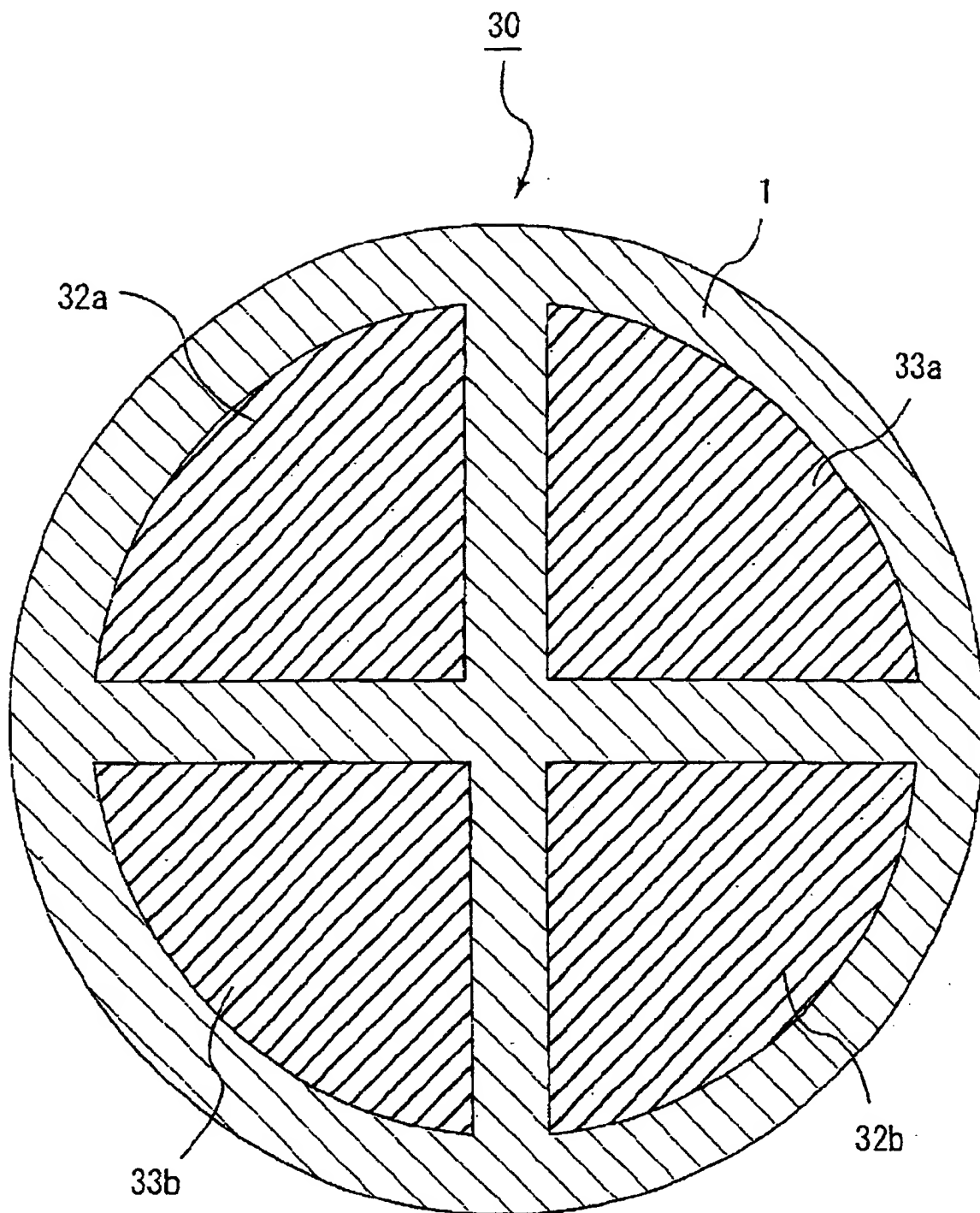
図 9



THIS PAGE BLANK (USPTO)

6 / 1 2

図 10



THIS PAGE BLANK (USPTO)

7 / 1 2

図 1 1

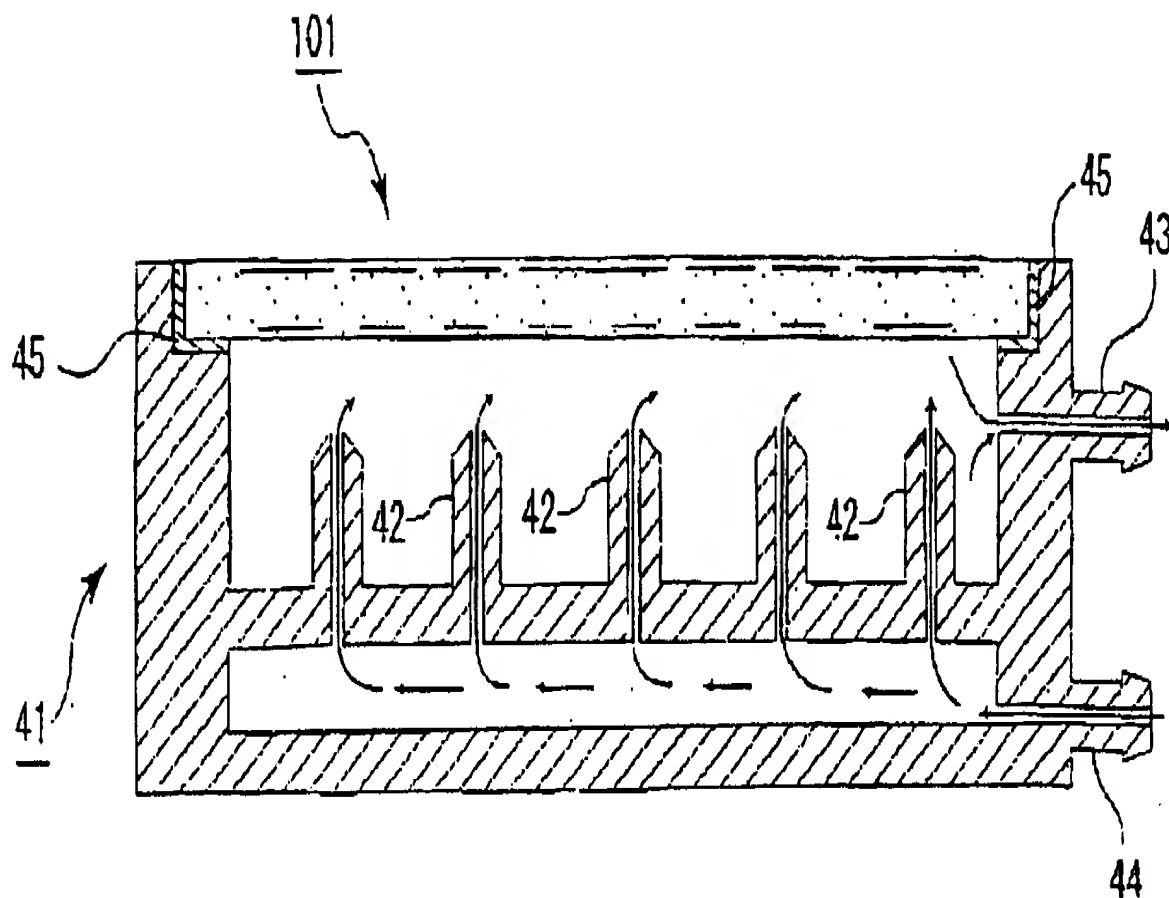
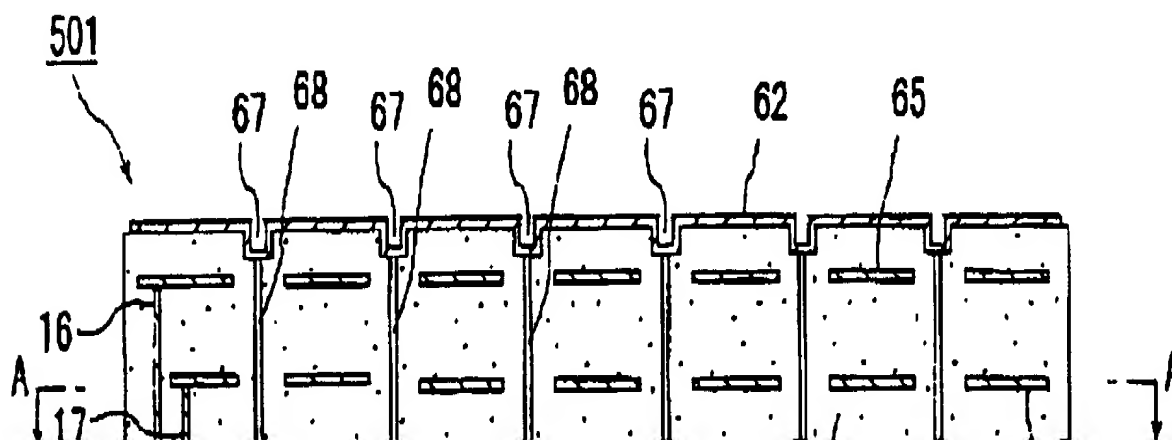
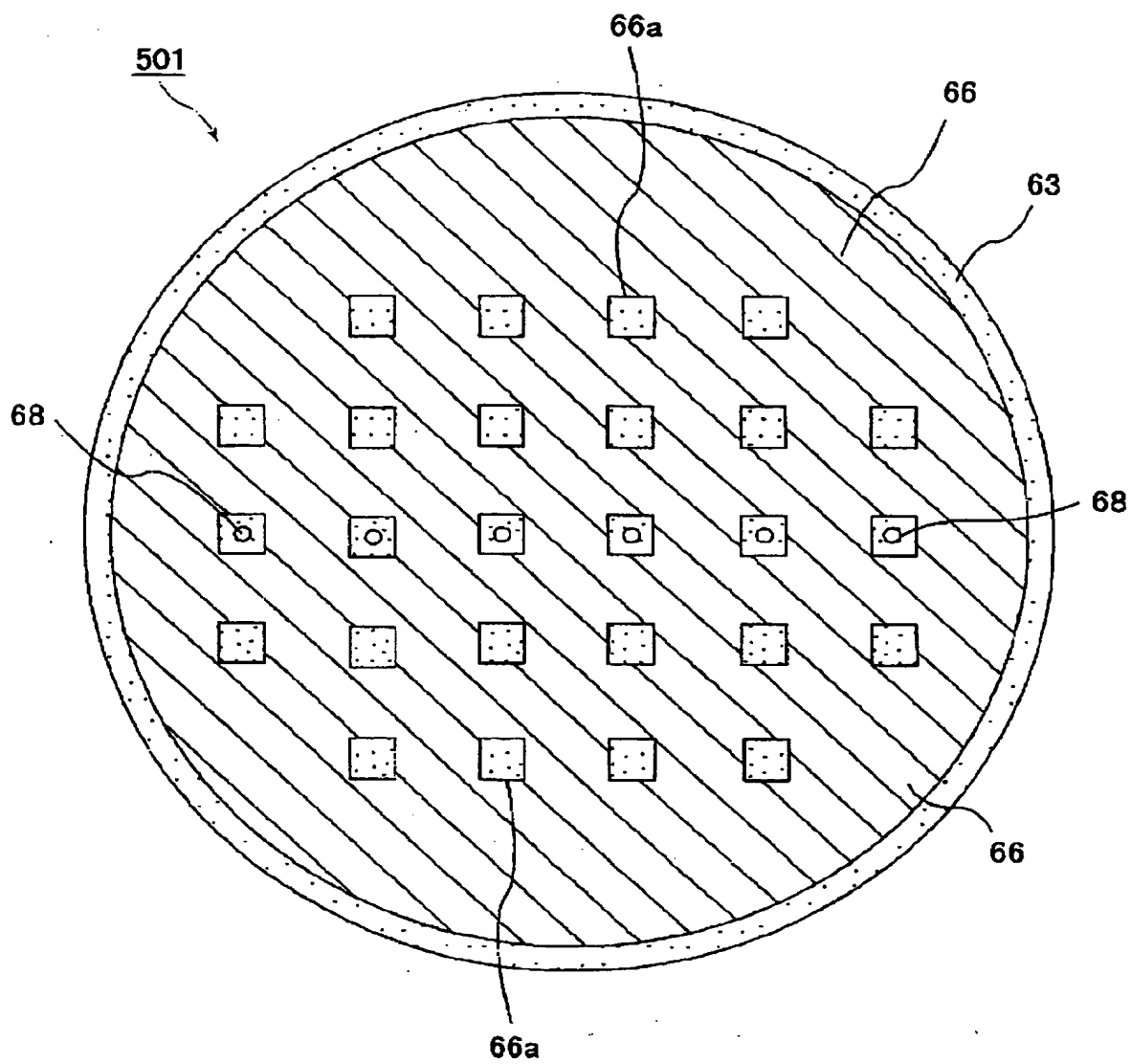


図 1 2



THIS PAGE BLANK (USPTO)

図 1 3



THIS PAGE BLANK (USPTO)

9 / 1 2

図 1 4

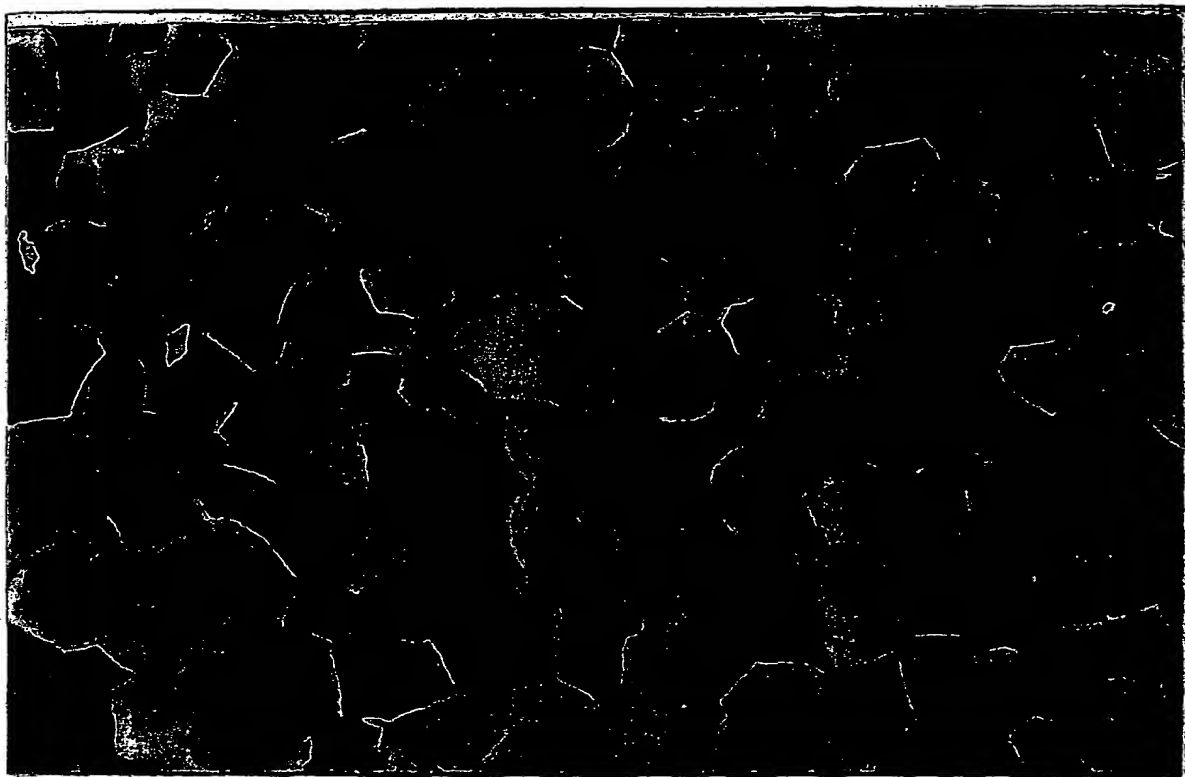
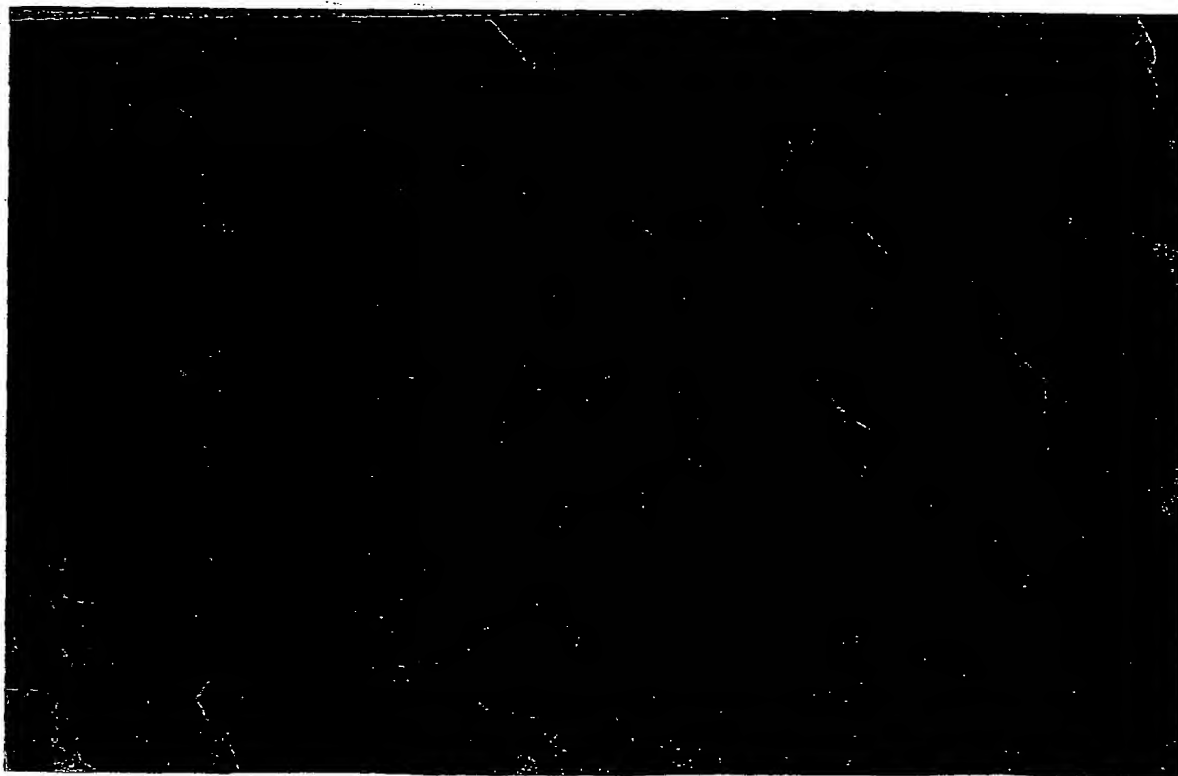


図 1 5

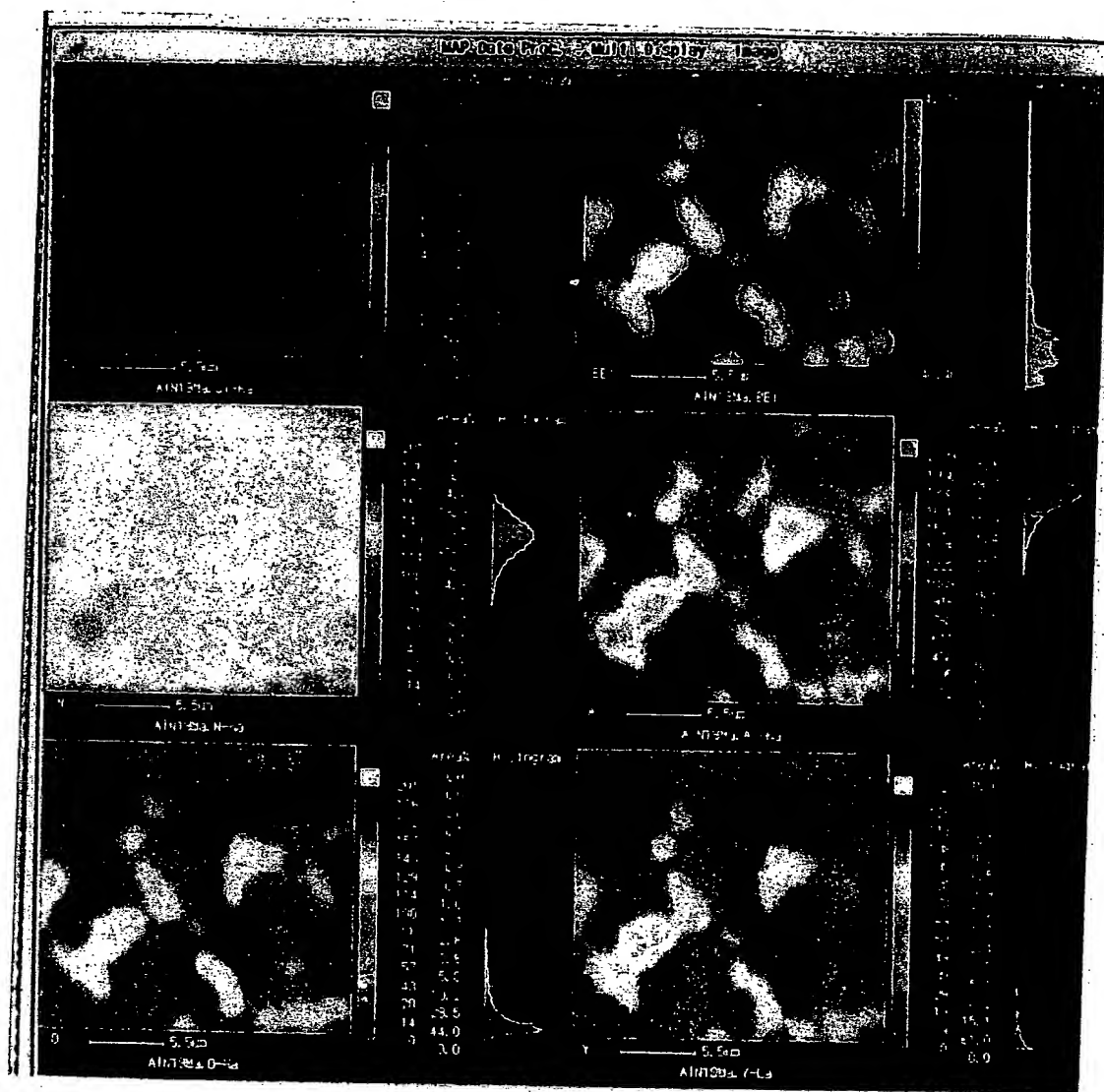


差 替 え 用 紙 (規則26)

THIS PAGE BLANK (USPTO)

10 / 12

図 16



THIS PAGE BLANK (USPTO)

11 / 12

図 17

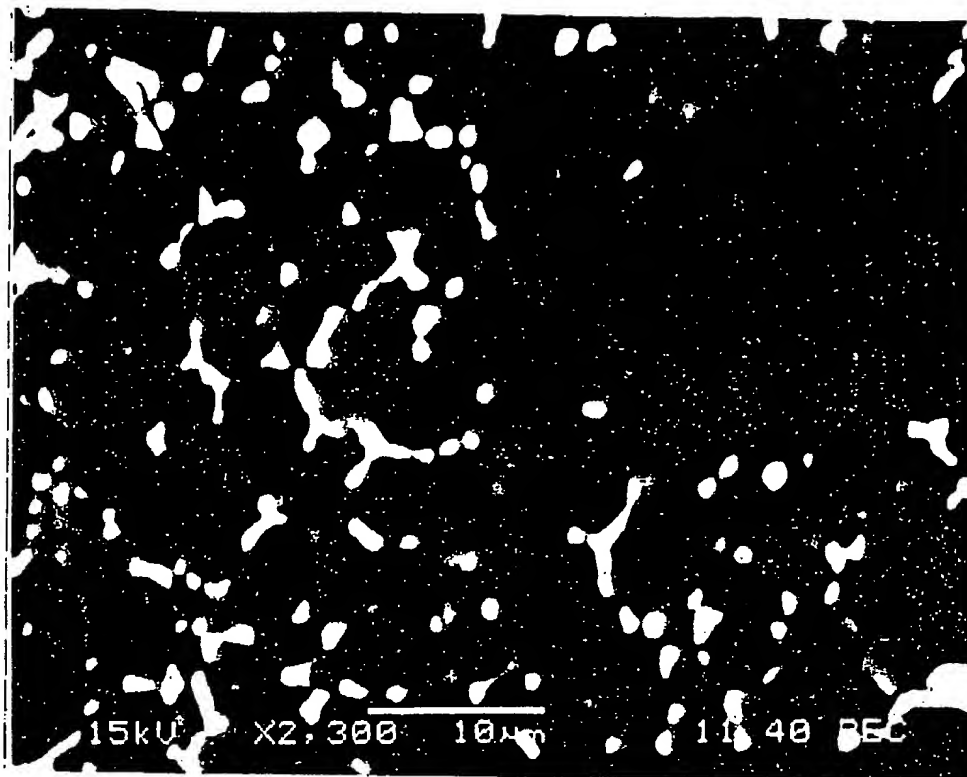
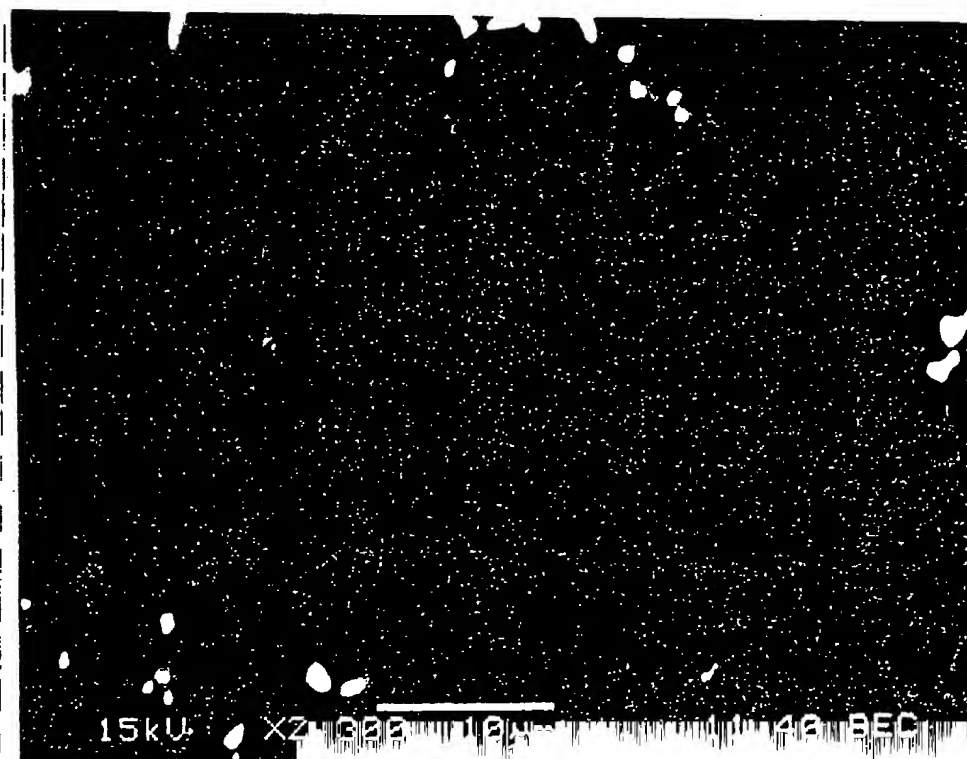


図 18

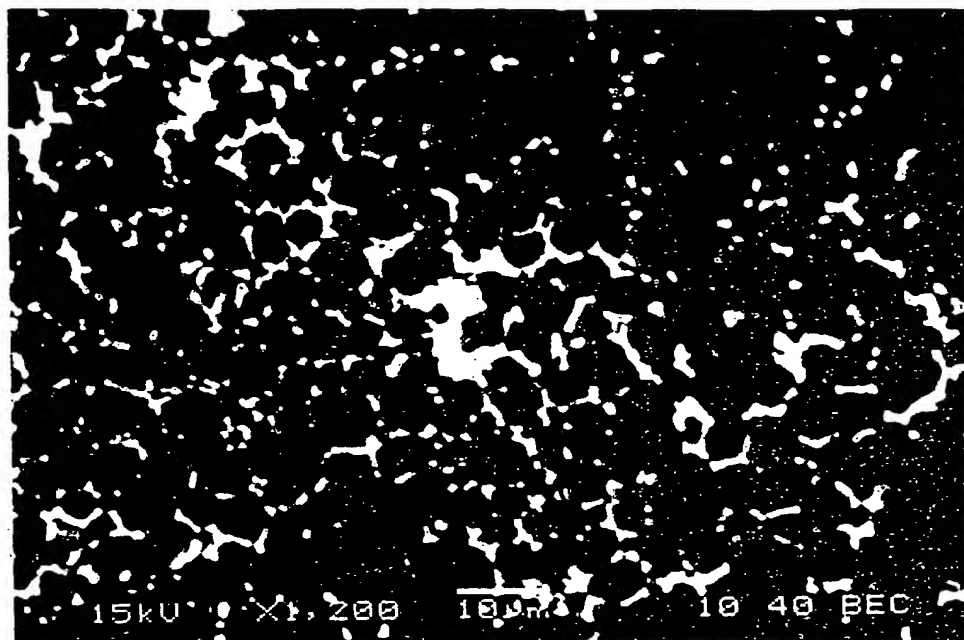


THIS PAGE BLANK (USPTO)

THIS PAGE BLANK (USPTO)

1 2 / 1 2

図 1 9



THIS PAGE RI AMK (11070)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP01/01787

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl⁷ C04B35/00, H01L21/68, H01L23/15

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl⁷ C04B30/00-599, H01L21/68, H01L23/15

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho 1926-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2001
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2001 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2001

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X A Y	JP, 11-236270, A (Kyocera Corporation), 31 August, 1999 (31.08.99), Par. Nos. [0017] to [0022] [0017], [0070] (Family: none)	1, 3 5 2 4
Y Y A	JP, 9-30866, A (Nissan Motor Co., Ltd.), 04 February, 1997 (04.02.97), Par. No. [0028]; tables 2, 4, 6, 10 Claims (Family: none)	2 4 5

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"I" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"E" earlier document but published on or after the international filing date	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"&" document member of the same patent family
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search
13 April, 2001 (13.04.01)

Date of mailing of the international search report
24 April, 2001 (24.04.01)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

THIS PAGE BLANK (USPTO)

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ C04B35/00, H01L21/68, H01L23/15

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ C04B30/00-599, H01L21/68, H01L23/15

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926-1996年

日本国公開実用新案公報 1971-2001年

日本国登録実用新案公報 1994-2001年

日本国実用新案登録公報 1996-2001年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X A Y	JP, 11-236270, A(京セラ株式会社) 31.8月. 1999(31.08.99), 【0017】 - 【0022】 , 【0017】 , 【0070】 (ファミリーなし)	1, 3 5 2 4
Y Y A	JP, 9-30866, A(日産自動車株式会社) 4.2月. 1997(04.02.97), 【0028】 , 【表2】 【表4】 【表6】 【表10】 特許請求の範囲 (ファミリーなし)	2 4 5

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

13.04.01

国際調査報告の発送日

24.04.01

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

三崎 仁



4T

8928

電話番号 03-3581-1101 内線 3416

THIS PAGE BLANK (USPTO)